

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ
ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ
В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ**

Выпуск 21/1

Москва 1987

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ
РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

ВЫПУСК 21/1

Москва 1987

Сборник Методических Указаний составлен методической секцией по промышленной токсикологии при Проблемной комиссии "Научные основы гигиены труда и профпатологии"

Настоящие Методические указания распространяются на измерение концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны при санитарном контроле.

Ответственные за выпуск: С.И.Муравьева , Г.А.Дьякова,
К.М.Грачева , В.Г.Овечкина.

Нижний предел измерения в хроматографируемом объеме 0,03 мкг.
Нижний предел измерения в воздухе 1 мкг/м³ (при отборе 150 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций КМП в воздухе от 1,0 до 15,0 мкг/м³.

Измерению не мешают метоксибутенин, гидразин гидрат и формальдегид.

Измерение мешает этанол.

Суммарная погрешность не превышает ±15%.

Время выполнения измерения, включая отбор проб около 30 мин.

ПРИБОРЫ, АППАРАТУРА, ПОСУДА

Газовый хроматограф марки ЛХМ-8 МД с пламенно-ионизационным детектором.

Хроматографические колонки, стальные, размером 1 м х 3 мм.

Микрошприц МЕ-1 или МЕ-10.

Чашки фарфоровые, диаметром 62 мм, ГОСТ 9147-74.

Колбы мерные, вместимостью 25 мл, ГОСТ 1770-74.

Пробирки с шлифованными пробками, вместимостью 10 мл, ГОСТ 10515-75.

Баня водяная.

Термостат воздушный.

Лупа измерительная, ГОСТ 8309-75.

Секундомер.

Аспирационное устройство.

Фильтродержатель.

Фильтры обеззоленные "синяя лента", диаметром 5,5 см
ТУ 6-09-1678-77.

РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ И МАТЕРИАЛЫ

Карсамсил-3(5)-метилпиразол.

Аметон, ГОСТ 2603-79, чда.

Удородьоры по фармокопейной статье X, 1965г.

Метанол по ГОСТ 6995-77, ч.

Калий гидроокись по ИВ-3 ОСТ 6-01-301-74, осч.

Амезон "Л".

Целит - 545, 60-80 меш.

Газообразные азот, ГОСТ 9293-74, водород, ГОСТ 3022-80 и воздух ГОСТ ЦВР2-73, в баллонах с редукторами.

Стандартный раствор № I с концентрацией 0,3 мг/мл готовят в ацетоне путем растворения точной навески КМП в мерной колбе вместимостью 25 мл. Стандартный раствор устойчив в течение 10 дней.

ОТБОР ПРОБЫ ВОЗДУХА

Воздух с объемным расходом 10 л/мин аспирируют через фильтр "синяя лента".

Для измерения 1/2 ОБУВ следует отобрать 150 л воздуха.

Срок хранения отобранных проб 3 дня.

ПОДГОТОВКА К ИЗМЕРЕНИЮ

Калий гидроокись, взятую в количестве 20% от веса носителя целит-545, растворяют в метаноле. Полученный раствор наносят на твердый носитель, помещенный в фарфоровую чашку. Растворитель испаряют посредством нагрева выпарительной чашки на водяной бане при постоянном перемешивании до сухого состояния носителя и помещают в воздушный термостат. После полной осушки носитель снова взвешивают. 5% амезона "Л" от веса (целит-545 - 20% КОН) растворяют в хлороформе и полученным раствором заливает твердый носитель, выпаривают

точно так как сказано выше. Готовой насадкой заполняют колонку и кондиционируют в термостате хроматографа в течение 14 часов, при скорости газа-носителя азота 60 мл/мин постепенно повышая температуру термостата от 50° до 200° без подсоединения колонки к детектору.

Прибор готовят к работе согласно инструкции.

Градуировочные растворы с содержанием КМП от 30 до 450 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора в 1 ацетона. Растворы устойчивы в течение 5 дней. Градуировочные растворы готовят согласно таблице.

Таблица 13

№ стан- дарта	Стандартный раствор в 1, мл	Растворитель ацетон, мл	Концентрация КМП мкг
1	0	5	0
2	0,1	4,9	0,03
3	0,2	4,8	0,06
4	0,4	4,6	0,12
5	0,8	4,2	0,24
6	1,0	4,0	0,30
7	1,5	3,5	0,45

По 1,0 мкг каждого градуировочного раствора вводят в хроматограф через самоуплотняющуюся мембрану. Строят градуировочную кривую, выражающую зависимость площади пика в мм^2 от количества КМП мкг. Площадь пика получают умножением высоты пика на его ширину, измеренную на половине высоты. Для построения градуировочной кривой необходимо провести 5 параллельных определений для каждого стандартного раствора.

УСЛОВИЯ ХРОМАТОГРАФИРОВАНИЯ ГРАДУИРОВОЧНЫХ СМЕСЕЙ И АНАЛИЗИРУЕМЫХ ПРОБ

Температура термостата колонок	140°C
Температура испарителя	275°C
Скорость потока газа-носителя азота	30 мл/мин
Скорость потока водорода	30 мл/мин
Скорость потока воздуха	300 мл/мин
Скорость движения диаграммной ленты	200 мм/час
Абсолютное время удерживания КМП	2 мин 15 сек
Время выхода ацетона	1 мин 45 сек

ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЯ

Эльטר с отобранной пробой КМП переносят в пробирку, обрабатывают при периодическом перемешивании 5 мл ацетоном 10 мин. 1,0 мл раствора вводят в хроматограф. Записывают хроматограмму, вычисляют площадь пика. По градуировочному графику находят количество КМП.

РАСЧЕТ КОНЦЕНТРАЦИИ

Концентрация КМП в воздухе мг/м^3 (С) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \cdot v}{b \cdot \sqrt{V}}, \text{ где}$$

a — количество КМП, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг ;

v — общий объем пробы, мл ;

b — объем пробы, вводимый в хроматограф, мл ;

\sqrt{V} — объем воздуха, л, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям по формуле (см. Приложение I).

Приложение I

Приведение объема воздуха к стандартным условиям проводят по следующей формуле:

$$V_{20} = \frac{V \cdot (273 + 20) \cdot P}{(273 + t^{\circ}) \cdot 101,33}, \quad \text{где}$$

V - объем воздуха, отобранный для анализа, л.

P - барометрическое давление, кПа (101,33 кПа=760 мм рт.ст.)

t - температура воздуха в месте отбора пробы, °С

Для удобства расчета V_{20} следует пользоваться таблицей коэффициентов (приложение 2). Для приведения воздуха к стандартным условиям надо умножить V на соответствующий коэффициент.

Коэффициент К для приведения объема воздуха к стандартным условиям

°C	Давление P, кПа/мм рт.ст									
	97,33/730	97,86/734	98,4/738	98,93/742	99,46/746	100/750	100,53/754	101,06/758	101,33/760	101,86/764
-30	1,1882	1,1646	1,1709	1,1772	1,1836	1,1899	1,1963	1,2026	1,2088	1,2122
-26	1,1593	1,1456	1,1519	1,1581	1,1644	1,1706	1,1768	1,1831	1,1862	1,1925
-22	1,1212	1,1274	1,1336	1,1396	1,1458	1,1519	1,1581	1,1643	1,1673	1,1735
-18	1,1036	1,1097	1,1158	1,1218	1,1278	1,1338	1,1399	1,1460	1,1490	1,1551
-14	1,0866	1,0926	1,0986	1,1045	1,1105	1,1164	1,1224	1,1284	1,1313	1,1373
-10	1,0701	1,0760	1,0819	1,0877	1,0936	1,0994	1,1053	1,1112	1,1141	1,1200
- 6	1,0540	1,0599	1,0657	1,0714	1,0772	1,0829	1,0887	1,0945	1,0974	1,1032
- 2	1,0385	1,0442	1,0499	1,0556	1,0613	1,0669	1,0726	1,0784	1,0812	1,0869
0	1,0309	1,0366	1,0423	1,0477	1,0535	1,0591	1,0648	1,0705	1,0733	1,0789
+ 2	1,0234	1,0291	1,0347	1,0402	1,0459	1,0514	1,0571	1,0627	1,0655	1,0712
+ 6	1,0087	1,0143	1,0198	1,0253	1,0309	1,0363	1,0419	1,0475	1,0502	1,0557
+10	0,9944	0,9999	1,0054	1,0108	1,0162	1,0216	1,0272	1,0326	1,0353	1,0407
+14	0,9806	0,9860	0,9914	0,9967	1,0027	1,0074	1,0128	1,0183	1,0209	1,0263
+18	0,9671	0,9725	0,9778	0,9830	0,9884	0,9936	0,9989	1,0043	1,0069	1,0122
+20	0,9605	0,9658	0,9711	0,9763	0,9816	0,9868	0,9921	0,9974	1,0000	1,0053
+22	0,9539	0,9592	0,9645	0,9696	0,9749	0,9800	0,9853	0,9906	0,9932	0,9985
+24	0,9475	0,9527	0,9579	0,9631	0,9683	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	0,9917
+26	0,9412	0,9464	0,9516	0,9566	0,9618	0,9669	0,9721	0,9773	0,9799	0,9851
+28	0,9349	0,9401	0,9453	0,9503	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785
+30	0,9288	0,9339	0,9391	0,9440	0,9432	0,9542	0,9594	0,9645	0,9670	0,9723
+34	0,9167	0,9218	0,9268	0,9318	0,9368	0,9418	0,9468	0,9519	0,9544	0,9595
+38	0,9049	0,9099	0,9149	0,9198	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,9421	0,9471

П Е Р Е Ч Е Н Ь

учреждения представивших Методические указания
по измерению концентрации вредных веществ в
воздухе

№ : пп : :	Методические указания	: : :	Учреждения, представ- шие Методические ука- зания
1 :	2	:	3
1.:	Фотометрическое измерение концентрации: алкилпропилендиамин	:	Медицинский институт г. Ростов-на-Дону
2.:	Фотометрическое измерение концентрации: бис-(2-метил-3-окси-4-оксиметил-5-ме- тилпиридин) дисульфида дигидрохлорида (пиридитол)	:	НИИ гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва Медицинский институт г.Курск
3.:	Газохроматографическое измерение кон- центрации бутоксибутенина	:	НИИ гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва ГОСНИИ метанолпроект
4.:	Фотометрическое измерение концентрации: 1,10 декандикарбоновой кислоты (1,10 ДДК)	:	ГорСЭС, г. Москва
5.:	Фотометрическое измерение концентрации: диборида магния, диборида титана-хрома и металлокерамического сплава (на осно- ве диборида титана-хрома)	:	НИИ гигиены труда и профзаболеваний г.Свердловск
6.:	Фотометрическое измерение концентрации: диморфолинфенилметана (ингибитора ВНХ-Л-20)	:	НИИ гигиены труда и профзаболеваний г.Ижевск
7.:	Газохроматографическое измерение кон- центрации метилизобутилкарбонла	:	НИИ гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г. Москва

1 :	2	:	3
8. : Газохроматографическое измерение концентрации метилцеллолозы	Киевский филиал : ГосНИИхлорпроект : г.Киев	:	
9. : Пламеннофотометрическое измерение концентрации стронция фосфорнокислого двухзамещенного	: Медицинский институт г. Ставрополь	:	
10. : Газохроматографическое измерение концентрации фенола	: НИИ гигиены труда и профзаболеваний : АМН СССР, г.Москва : ГорСЭС, г.Москва	:	
11. : Газохроматографическое измерение концентрации циклодеканола и циклодекана	: Рязанский медицинский институт	:	
12. : Газохроматографическое измерение концентрации денацила и додецилового спирта	: ГорСЭС, г.Москва	:	
13. : Спектрофотометрическое измерение концентрации диэтилентриаминпентаацетата меди тринатриевой соли	: Армянский НИИ ГТ и ПЗ	:	
14. : Газохроматографическое измерение концентрации карбамил-3(5)-метилпиразола	: НИИ гигиены им.Ф.Ф. Эрисмана, ВНИИХСЭР	:	
15. : Газохроматографическое измерение концентрации триметилфосфита	: ГорСЭС, Москва	:	
16. : Фотометрическое измерение концентрации цинкового комплекса нитрилотрифенилфосфоновой кислоты тринатриевой соли и расторможенного железного комплекса нитрилотрифенилфосфоновой кислоты динатриевой соли	: НИИ гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР	:	
17. : Газохроматографическое измерение концентрации ангидрида триэтиловой кислоты	: Уфимский НИИ НЕФТЕХИМ	:	
18. : Газохроматографическое измерение концентрации Бис-N,N-гексаметиленкарбамида (карбосида)	: Рижский медицинский институт	:	

1 :	2	:
20. : Хроматографическое измерение концентрации Бис-фосфита	Львовский : медицинститут	
21. : Газохроматографическое измерение концентрации диметилсебакината	Ростовский-на-Дону : медицинститут	
22. : Газохроматографическое измерение концентрации диметилфосфита	Львовский : медицинститут	
23. : Газохроматографическое измерение концентрации рации изопропенилацетилена	НИИ ГТ и ПЗ : АМН СССР : НПО "НАИРИТ" : г.Ереван	
24. : Фотометрическое измерение концентрации красной и желтой кровяной соли	Донецкий : медицинститут	
25. : Фотометрическое измерение концентрации ламинофора Р-385	Ставропольский : медицинститут	
26. : Газохроматографическое измерение концентрации трация монобензилтолуола	Донецкий : медицинститут	
27. : Фотометрическое измерение концентрации 3-нитро-4-хлоранилина	Казанский университет : Н.И.Савельева	
28. : Пламенно-фотометрическое измерение концентрации растворимых соединений рубидия	Г-ня Московский : медицинститут	
29. : Хроматографическое измерение концентрации триотреххлористого фосфора	Львовский : медицинститут	
30. : Газохроматографическое измерение концентрации рация триметилового кислоты	Уфимский : НИИНЕФТЕХИМ	
31. : Хроматографическое измерение концентрации триметилфосфита	Львовский : медицинститут	
32. : Газохроматографическое измерение концентрации трация триэтилортоацетата	Университет : друзья народов : им. П.Лумумбы	
33. : Газохроматографическое измерение концентрации трация 3-феноксидбензальдегида	Университет : друзья народов : им. П.Лумумбы	
34. : Флуориметрическое измерение концентрации фенибута	Рижский медицинститут	

I :	2	:	3
35.: Полярографическое измерение концентрации: : фосфида цинка			ЦОЛИУВ, Москва : Киевский НИИ ГТ и ПЭ
36.: Фотометрическое измерение концентрации : : фталазола			ВНИХФИ, г.Купавна
37.: Хроматографическое измерение концентра- : ции хардина			Львовский : мединститут
38.: Фотометрическое измерение концентрации : : хлористого аммония			Армянский : НИИ ГТ и ПЭ
39.: Газохроматографическое измерение кон- : центрации циклогесена			НИИ ГТ и ПЭ

Приложение 4

Вещества, определяемые по ранее утвержденным
методическим указаниям

Наименование вещества	Методические Указания
I	2
Сополимеры и полимеры на основе акриловых и метакриловых мономеров	Методические указания на гравиметрическое определение пыли в воздухе рабочей зоны и в системах вентиляционных установок М., 1981, с. 235 (перезданный сборник МУ, выпуски 1-5)
Полиамфолиты ПА-I, ПА-III, ПА-12I	- " -
лагоден	- " -
оксалон	- " -
катализатор ИМ-220I	Методические указания на фотометрическое определение окиси хрома, выпуск М., 1979, с. 108
Титана сульфид и дисульфид	Методические указания по полярографическому измерению вольфрама в воздухе рабочей зоны, выпуск XIX, М., 1984, с. 13
Вольфрама сульфид и дисульфид	Методические указания по полярографическому измерению концентраций титана в воздухе рабочей зоны, выпуск XIX, М., 1984, с. 129
Сварочный аэрозоль при содержании марганца до 20 %	Методические указания на определение вредных веществ в сварочном аэрозоле (твердая фаза и газы), М., 1981, с.
Сварочный аэрозоль при содержании марганца от 20 до 30 %	:

Указатель определяемых веществ

- Алкилдифенилоксид (Алотерм-1) 86
 Алкилпропилендиамин I
 Ангидрид тримеллитовой кислоты 91
 Бис-*N,N*-гексаметиленкарбамид (карбоксид) 96
 Бис- (2-метил-3-окси-4-оксиметил-5-метилпиридил) дисульфида
 гидрокорида (пиридитол) 5
 Бис-фосфит 102
 Бутоксидбутенин 10
 1,10-декандикарбоновая кислота 17
 Децила 58
 Диборид магния 22
 Диборид титана-хрома 22
 Диметилсебацат 107
 Диметилфосфит 112
 Диортолифенилметан (ингибитор ВНК-А 20) 27
 Диэтилентриаминпентаацетата меди тринатриевая соль 64
 Диэтиловый спирт 58
 Изопропилацетилен 118
 Карбамид-3(5)-метилпиразол 70
 Красная и желтая кровяная соль 122
 Лаунофор Р-385 127
 Метилдизобутилкарбонат 32
 Метилцеллозоль 36
 Метилбензилтолуол 132
 3-эстро-4-хлоранилин 137
 Рутиния растворимые соединения 145
 Стронция фосфорнокислая двузамещенная 42
 Тетрахлористый фосфор 150
 Тримеллитовая кислота 154
 Триметилфосфит 75
 Триэтилортоацетат 165
 Фикетол 46
 Фенибут 173
 3-феноксибензальдегид 169
 Фосфид цинка 178
 Фталазол 184

Харшин 189

Хлористый аммоний 193

Циклодеканол 50

Циклодеканон 50

Циклогексен 198

Цинковый комплекс нитрилотрифенилфосфоновой кислоты
тринатриевой соли и растворимого железного комплекса
нитрилотриметилфосфоновой кислоты динатриевой соли 80

Содержание.

1. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации алкилпропилендиаминна в воздухе рабочей зоны	1
2. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации бис-(2-метил-3-окси-4-оксиметил-4-метилпиридин) дисульфида дигидрохлорида (пиридитол) в воздухе рабочей зоны	5
3. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации бутоскибутенина в воздухе рабочей зоны	10
4. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации I, IO декандикарбоновой кислоты (I, IO ДДК) в воздухе рабочей зоны	17
5. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации диборида магния, диборида титана-хрома и металллокерамического сплава (на основе диборида титана-хрома) в воздухе рабочей зоны	22
6. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации диморфолинфенилметана (ингибитор ИХ-Л-20) в воздухе рабочей зоны	27
7. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации метилизобутилкарбинола в воздухе рабочей зоны	32
8. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации метилцеллозолва в воздухе рабочей зоны	36
9. Методические указания по пламеннофотометрическому измерению концентраций стронция фосфорнокислого двуазмешенного в воздухе рабочей зоны	42
10. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации фенетол в воздухе рабочей зоны	46
II. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций циклодеканола и циклодеканола в воздухе рабочей зоны	50

12. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации денацила и додецилового спирта в воздухе рабочей зоны 58
13. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентрации диэтилентриаминпентацетата меди тринатриевой соли (ДТПА Zn) в воздухе рабочей зоны 64
14. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации карбамоил-3(5)-метилпиразола в воздухе рабочей зоны 70
15. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации триметилфосфита в воздухе рабочей зоны 75
16. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации цинкового комплекса нитрилотрифенилфосфоново́й кислоты тринатриевой соли и растворимого железного комплекса нитрилотриметилфосфоново́й кислоты динатриевой соли в воздухе рабочей зоны 80
17. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций алкилдифенилоксидов (Алотерма-I) в воздухе рабочей зоны 86
18. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентрации тримеллитовой кислоты в воздухе рабочей зоны 91
19. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации бис- M -гексаметиленкарбамида (карбоксида) в воздухе рабочей зоны 96
20. Методические указания по измерению концентраций бис-фосфита в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии 102
21. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации диметиласебацината в воздухе рабочей зоны 107
22. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации диметилфосфита в воздухе рабочей зоны 112

23. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации изопропенилацетилена в воздухе рабочей зоны 116
24. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации красной и желтой кровяной соли в воздухе рабочей зоны 122
25. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации ламинофора Р-385 в воздухе рабочей зоны 127
26. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации монобензилтолуола (МБТ) в воздухе рабочей зоны 132
27. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации 3 нитро-4-хлоранилина в воздухе рабочей зоны 137
28. Методические указания по пламенно-фотометрическому измерению концентрации растворимых соединений рибидия в воздухе рабочей зоны 145
29. Методические указания по измерению концентрации тиотрихлористого фосфора методом тонкослойной хроматографии в воздухе рабочей зоны 150
30. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации тримеллитовой кислоты в воздухе рабочей зоны 154
31. Методические указания по измерению концентрации трифенилфосфита методом тонкослойной хроматографии в воздухе рабочей зоны 161
32. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации триэтилортоацетата (ТЭОА) в воздухе рабочей зоны 165
33. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации 3-феноксипензальдегида (3-ФБА) в воздухе рабочей зоны 169
34. Методические указания по флуориметрическому измерению концентрации фенибута в воздухе рабочей зоны 173
35. Методические указания по полярографическому измерению концентрации фосфида цинка в воздухе рабочей зоны 178

36. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации фталазола в воздухе рабочей зоны	184
37. Методические указания по измерению концентрации хаюдина в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии	189
38. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации хлористого аммония в воздухе рабочей зоны	193
39. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации циклогексена в воздухе рабочей зоны	198
40. Приложение I	202
41. Приложение 2	203
42. Приложение 3	204
43. Приложение 4	208
44. Приложение 5	209