

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.**

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного государственного

гигиенического санитарного врача СССР

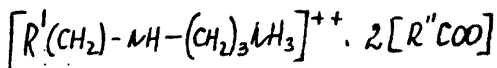
 А.И. Зайченко

" 6 " ноября 198 6 г.

№ 4204-86

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по фотометрическому измерению концентраций
алкилпропилендиамина в воздухе рабочей зоны



$$R'' = C_{12} - C_{18}$$

$$R' = C_7 - C_9$$

Ш.м. 720 + 730

Алкилпропилендиамин /Дон-II/ - жидкость коричневого цвета, температура разложения выше 100°C, хорошо растворяется в спирте, бензоле, ацетоне, воде. Относится к умеренно опасным ядам.

ϕL_{50} - 3,88 г/кг. В воздухе находится в виде аэрозоля.
ОБУВ-1мг/м³

Характеристика метода.

Определение основано на реакции сочетания Дон-II с тропеолином СО-2 и получении окрашенного в розовый цвет разной интенсивности комплексного соединения, обусловленного его концентрацией.

Сбор проб производится концентрированием на фильтр.

Предел измерения в анализируемом объеме пробы 5 мкг.

Предел измерения в воздухе 0,5 мг/м³ (при сборе 2л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций в воздухе от 0,5 до 16 мг/м³.

Спределению не мешают пары изопропилового спирта, мешают Дон-2, Дон-32, алкилтриметиламоний хлорид фракции C₁₀-C₁₆.

Граница суммарной погрешности измерения $\pm 25\%$.

Срок выполнения измерения, включающий отбор пробы 4 часа.

Реактивы, растворы и материалы.

Дон-II, ТУ ЗС.40550-79.

Триэтиленгликоль ТУ МХИ 605-1, 1 $10^{-3}\%$ раствор.

Хлороформ, ГОСТ 20015-74, очищенный: хлороформ смешивают с 5-10% раствором натрия углекислого, встряхивают, промывают 5-6 раз водой. Хлороформ отделяют и перегоняют.

Натрий углекислый кислый, ГОСТ 4201-66, 3% раствор.

Вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72.

Стандартный раствор Дон-II № I концентрацией 1 мг/мл готовят растворением навески 0,1 г вещества в 100 мл дистиллированной воды в мерной колбе. Раствор устойчив в течение месяца.

Стандартный раствор № 2 Дон-II с концентрацией 100 мкг/мл готовят разбавлением дистиллированной водой стандартного раствора № I. Сохраняется в течение 2 х суток.

Фильтры АФА-ВЛ.

Приборы и посуда.

Аспирационное устройство.

Фотоэлектроколориметр.

Фильтродержатель.

Аппарат для встряхивания.

Колбы мерные, вместимостью 50-100 мл, ГОСТ 1770-74.

Воронки делительные, вместимостью 50 мл, ГОСТ 2613-75.

Пипетки, вместимостью 1, 5 и 10 мл с ценой деления 0,01; 0,05; 1 мл, ГОСТ 20292-74.

Стаканы химические, вместимостью 50 мл, ГОСТ 1770-74.

Проведение измерения.

Условия отбора проб воздуха.

Для определения аэрозоля Дон-II воздух со скоростью 10 л/мин аспирируют через фильтр АФА-ВН-10, укрепленный в фильтродержателе.

Для определения 1/2 ОДУЗ необходимо отобрать 20 л воздуха.
Срок хранения проб 48 часов
Условия анализа.

Фильтр переносят в стакан, обрабатывают водой дважды по 5 мл. Анализируемый раствор в количестве 5 мл переносят в делительную воронку, приливают 1 мл тропеолина 000 2,3 мл хлороформа, помещают в аппарат для встряхивания на 2 часа. Смесь оставляют до четкого разделения слоев. Сливают хлороформный слой в кюветы толщиной слоя 5 мм и фотометрируют при 490 нм по сравнению с контролем, который обрабатывают аналогично пробам. Содержание Дон-II в анализируемом объеме определяют по предварительно построенному градуировочному графику, для построения которого готовят шкалу стандартов согласно таблице.

Таблица I

Шкала стандартов

Номер стандарта	Стандартный раствор # 2, мл	Вода дист., мл	Тропеолин, 000-2, мл	Хлороформ, мл	Содержание Дон-II, мкг
1	0	5,0	Во	Во	0
2	0,05	4,95	все	все	5
3	0,1	4,90	пробы	пробь	10
4	0,2	4,80	по	по	20
5	0,4	4,60	1 мл	3 мл	40
6	0,8	4,20			80
7	1,4	3,60			140
8	1,6	3,40			160

Стандартная шкала устойчива в течение 2 суток.

Содержание ДОН-II в мг/м³ воздуха X вычисляют по формуле:

$$X = \frac{a \cdot \bar{V}}{b \cdot V} \text{ , где}$$

- a - количество вещества, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;
- \bar{V} - общий объем пробы, мл;
- b - объем пробы, взятый для анализа, мл;
- V - объем воздуха, л, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям /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	101,59/760	101,86/760
-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- ившие 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 бутоксибутина	:	НИИ гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва ГОСНИИ метанолпроект
4.:	Фотометрическое измерение концентрации: 1,10 декагидрокарбонной 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 метилизобутилкарбоната	:	НИИ гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г. Москва

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

1 :	2	:
20. : Хроматографическое измерение концентрации Бис-фосфита	: Львовский : институт	
21. : Газохроматографическое измерение концентрации диметилсебакината	: Ростовский-на-Дону : институт	
22. : Газохроматографическое измерение концентрации диметилфосфита	: Львовский : институт	
23. : Газохроматографическое измерение концентрации дицир изопропенилацетилена	: НИИ ГТ и ЛЗ : АМН СССР : НПО "НАИРИТ" : г.Ереван	
24. : Фотометрическое измерение концентрации красной и желтой кровяной соли	: Донецкий : институт	
25. : Фотометрическое измерение концентрации ляминифора Р-385	: Ставропольский : институт	
26. : Газохроматографическое измерение концентрации траниця монобензилтодула	: Донецкий : институт	
27. : Фотометрическое измерение концентрации 3-нитро-4-хлоранилина	: Казанский университет : Н.И.Савельева	
28. : Пламенно-фотометрическое измерение концентрации растворимых соединений рубидия	: Г-ня Московский : институт	
29. : Хроматографическое измерение концентрации триотреххлористого фосфора	: Львовский : институт	
30. : Газохроматографическое измерение концентрации тримеллитовой кислоты	: Уфимский : НИИ НЕФТЕХИМ	
31. : Хроматографическое измерение концентрации триметилфосфита	: Львовский : институт	
32. : Газохроматографическое измерение концентрации триметилортоацетата	: Университет : друзей народов : им. П.Лумумбы	
33. : Газохроматографическое измерение концентрации траниця 3-феноксидбензальдегида	: Университет : друзей народов : им. П.Лумумбы	
34. : Флуориметрическое измерение концентрации фенилбута	: Рижский институт	

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
 Бутоксипутения 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
 Дециловый спирт 58
 Изопропилацетилен 118
 Карбамид-3(5)-метилпиразол 70
 Красная и желтая крованая соль 122
 Лавинофор Р-385 127
 Метилдизобутилкарбонат 32
 Метилцеллозоль 36
 Метобензилтолуол 132
 3-эстро-4-хлоранилин 137
 Рудидия растворимые соединения 145
 Стронция фосфорнокислая двузамещенная 42
 Тетрахлористый фосфор 150
 Тримеллитовая кислота 154
 Триметилфосфит 75
 Триэтилортоацетат 165
 Фикетол 46
 Фенибут 173
 3-феноксимбензальдегид 169
 Сульфид цинка 178
 Фтаказол 184

Харшин 189

Хлористый аммоний 193

Циклодеканол 50

Циклодеканол 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 пламенифотометрическому 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 диметиласебацната 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 рублидия 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-феноксibenзальдегида (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