

Министерство здравоохранения СССР

---

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по измерению концентраций  
вредных веществ в воздухе  
рабочей зоны

(переработанные и дополненные техни-  
ческие условия, ВЫПУСКИ № 6-7)

Москва, 1982 г.

Сборник методических указаний составлен на основе ранее опубликованных выпусков технических условий № 6-7. Включение в сборник методики переработаны в соответствии с требованиями ГОСТа 12.1.005-76. Некоторые устаревшие методики заменены новыми.

Настоящие Методические указания распространяются на определение содержания вредных веществ в воздухе промышленных помещений при санитарном контроле и имеют ту же юридическую силу, что и Технические условия.

Методические указания подготовлены сотрудниками лаборатории санитарно-химических методов исследования Института гигиены труда и профессиональных заболеваний АМН СССР.

Редакционная коллегия: М.Д.Бабина, С.И.Муравьева,  
Т.В.Соловьева, В.Г.Овечкин

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного Государственного санитарного врача СССР

*А.И. ЗАЙЦЕНКО*"16" ноябрь 1968 г.  
г. Луганск

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ  
АКРИЛОВОЙ И МЕТАКАРИЛОВОЙ КИСЛОТ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ  
ЗОНЫ<sup>2</sup>

Акриловая кислота  $\text{CH}_2=\text{CH}-\text{COOH}$   $M=72,06$

Метакриловая кислота  $\text{CH}_2=\text{C}(\text{CH}_3)/\text{COOH}$   $M=86,09$

I. Характеристика метода

Определение основано на использовании газо-жидкостной хроматографии на приборе с пламенно-ионизационным детектором.

Отбор проб проводится с концентрированием в воду.

Предел измерения в анализируемом объеме пробы - 0,015 мкг.

Предел измерения в воздухе - 2,5 мг/м<sup>3</sup> /при отборе 6 л/.

Диапазон измеряемых концентраций 2,5-15 мг/м<sup>3</sup>.

Определению не мешают метиловый спирт, муравьиная, уксусная и масляная кислоты, органические растворители.

Граница суммарной погрешности метода не превышает ± 7%.

<sup>2</sup> Методика апробирована при исследовании воздушной среды на производстве бетонополимерных плит на основе олигоэфирокрилатов.

Предельно допустимая концентрация акриловой кислоты в воздухе  $5 \text{ мг}/\text{м}^3$ , метакриловой кислоты  $10 \text{ мг}/\text{м}^3$ .

## 2. Реактивы, растворы и материалы.

Акриловая кислота, МРТУ 6-09-5886-69, ч. свежепе-

Метакриловая кислота МРТУ 6-09Г7-68, ч. регазанные

Основные растворы акриловой и метакриловой кислот с содержанием 200 мкг/мл.

Газообразные: аргон, водород и воздух в баллонах с редукторами.

Твердый носитель: Хроматон *N*-Aw-3MCS / фракция 0,25-0,2 мм/, обработанный 3% ортофосфорной кислотой.

Жидкая фаза: Диэтилентригидроксилуксусная / ДЭТС /, 10% от массы твердого носителя.

Ортофосфорная кислота, ГОСТ 6552-58 / 85% /, чла.

Спирт этиловый, ГОСТ 5963-67.

Хлороформ, ГОСТ 215-74, чла.

## 3. Приборы и посуда.

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором.

Колонка стеклянная длиной 2 м и внутренним диаметром 4 мм.

Шкаф сушильный.

Аспирационное устройство.

Микропипетка на 10 мкл.

Ротационный испаритель.

Поглотительные сосуды Рихтера или с пористой пластинкой.

Секундомер.

Лупа измерительная.

Круглодонные колбы на 100 мл.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 25 и 50 мл.

#### 4. Проведение измерения.

##### Условия отбора проб воздуха.

Воздух со скоростью 0,5 л/мин. аспирируют через два последовательно соединенные сосуды Рихтера или с пористой пластинкой, содержащие по 3 мл дистиллированной воды. Поглотительные приборы охлаждают водой со льдом.

Для определения 1/2 ЦК акриловой и метакриловой кислоты достаточно отобрать 6 л воздуха.

##### Подготовка сорбента в условиях анализа.

Хроматон *Н*·*Ау*·*ДМС* / 6 г / залывают в круглодонной колбе раствором 65%-ной орто-фосфорной кислоты / 0,17 г / в закрыт. / 20 мл /, растворитель отгоняют под вакуумом на водяной бане с использованием ротационного испарителя, а кислоты высушивают от влаги, содержащейся в орто-фосфорной кислоте, в сульфурном ящику при 150 °С в течение одного часа.

После вышеописанной обработки носитель / 5 г / залывают в круглодонной колбе раствором дистиленгликолексукината / 0,5 г / в хлороформе, который затем отгоняют на ротационном испарителе. Сухой насадкой под давлением или под вакуумом набивают колонку. Заполненную колонку кондиционируют в токе газа-носителя при температуре 200 °С в течение 24 часов.

Содержимое поглотителя количественно переносят в отдельные пробирки с притертой пробкой и хроматографируют.

Блоковую часть / 3 мл / поглотительного раствора изводят через самосмоляющуюся мембрану в испаритель хроматографа.

##### Условия хроматографирования.

Колонка стеклянная 2 м x 0,4 см

Движущая фаза ДЭГС / 10% от массы твердого носителя /

Температура колонки 130 °С

Гемпературный режим изотермический.

Температура испарителя 250 С.

Температура детектора 250 С.

Скорость газа-носителя / аргона / 60 мл/мин.

Давление на входе колонки 0,5 атм.

Скорость воздуха 300 мл/мин.

Скорость водорода 30 мл/мин.

Скорость диаграммной ленты потенциометра 600 мм/час.

Объем пробы 3 мкл.

Продолжительность анализа 3 мин.

Количественный анализ проводится методом абсолютной калибровки по площадям пиков исключимых веществ.

Ввиду того, что обе вышеперечисленные кислоты чрезвычайно склонны к реакции полимеризации, использование для калибровки их паровоздушных смесей нецелесообразно. Калибровка прибора проводится с помощью стандартных растворов кислот в воде с содержанием 5-10-20-30 мкг/мл. Далают 5 параллельных определений для каждой концентрации. График строят в координатах: площадь пика ( см<sup>2</sup> ) - количество вещества ( мкг ).

Условия анализа и калибровки должны быть идентичными.

Концентрацию акриловой или метакриловой кислот в мл/м<sup>3</sup> воздуха / X / вычисляют по формуле:

$$X = \frac{W \cdot V_1}{V \cdot V_{d0}}, \text{ где}$$

W - количество акриловой или метакриловой кислот, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;

V<sub>1</sub> - общий объем пробы, мл;

V - объем, взятый для анализа, мл;

V<sub>d0</sub> - объем воздуха ( л ), взятый для анализа и приведенный к стандартным условиям, по формуле / см. Приложение I /.

## Приложение I.

Формула приведения объема воздуха  
к стандартным условиям

Согласно требованиям ГОСТа 12.1.005-76 объем отобранного воздуха приводят к стандартным условиям – температуре 20<sup>0</sup>С и барометрическому давлению 101,33 кПа /760 мм рт.ст./ по формуле:

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

$V_t$  – объем воздуха, отобранный для анализа, л;

$P$  – барометрическое давление, кПа;

$t$  – температура воздуха в месте отбора пробы, <sup>0</sup>С.

Для упрощения расчетов пользуются коэффициентами  $K$  /приложение 2/, вычисленными для температур в пределах от минус 30 до плюс 30<sup>0</sup>С и давлений от 97,33 до 101,86 кПа /730-764 мм рт.ст./.

## Приложение 2

## Коэффициенты К для приведения объема воздуха к стандартным условиям.

°C	Давление Р, кПа/м.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	101,53/760	101,86/764
-30	1,1582	1,1646	1,1709	1,1772	1,1836	1,1899	1,1963	1,2026	1,2088	1,2122
-26	1,1393	1,1456	1,1519	1,1581	1,1644	1,1705	1,1768	1,1831	1,1882	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	1,0725	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	1,0665	1,0712
+6	1,0087	1,0143	1,0198	1,0253	1,0309	1,0363	1,0419	1,0476	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	0,9820	0,9864	0,9916	0,9969	1,0013	1,0069	1,0122
+20	0,9605	0,9658	0,9711	0,9763	0,9816	0,9863	0,9911	0,9974	1,0000	1,0053
+22	0,9539	0,9592	0,9645	0,9696	0,9749	0,9800	0,9853	0,9906	0,9952	0,9995
+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	0,9765
+30	0,9286	0,9339	0,9391	0,9440	0,9492	0,9542	0,9594	0,9646	0,9670	0,9729
+34	0,9167	0,9218	0,9268	0,9318	0,9368	0,9418	0,9468	0,9519	0,9544	0,9596
+38	0,9049	0,9099	0,9149	0,9198	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,9431	0,9471

## Приложение 9

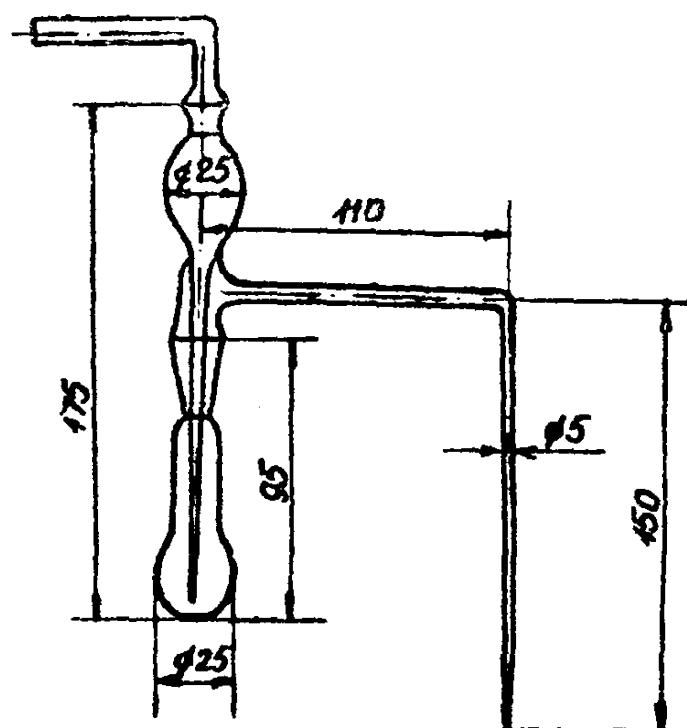
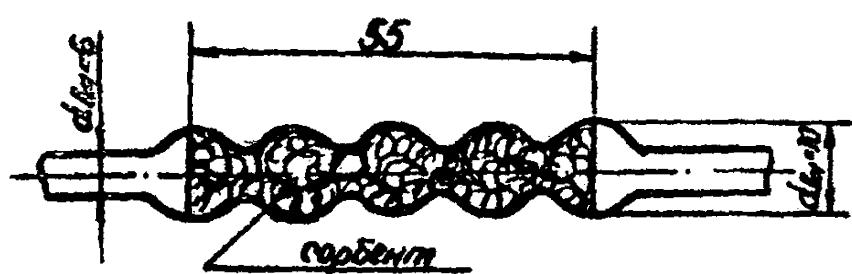


Рис. I Прибор для сушки хлорорганических ядомийков



Фиг. 2 Гофрированная стеклянная трубка

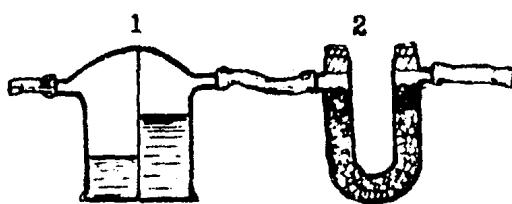


Рис. 3 Очистительная система. 1-склянка Тиценко,  
2- поглотитель с нейтронной известью.

## Приложение 4.

Список институтов, представивших новые методики  
в данный сборник

Назначение методики	!	Назначение института
1	!	2
Фотометрическое определение акрилонитида		Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение акриловой и метакриловой кислот		" - "
Фотометрическое определение алилового спирта		" - "
Фотометрическое определение хлористого метила и хлористого этила		" - "
Фотометрическое определение 3,4-дихлорпропиона и яида		" - "
Фотометрическое определение толуилендиамина		" - "
Спектрофотометрическое определение карбазола		Свердловский институт гигиены труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение кротонового альдегида		Штаб военизированных горноспасательных частей Урала /г. Свердловск/
Фотометрическое определение 1- и 2-метилнафтилов		Донецкий институт гигиени труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение аценафтиена		" - "
Фотометрическое определение коллидина		" - "
Газохроматографическое определение метилнафтилина и нафтилина		Ангарский институт гигиены труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение хлорной ртути /сургучи/		" - "

	1	2
Определение хлорной ртути методом атомно-абсорбционного анализа		Лигарский институт гигиены труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение нафтальина		Бакорусский санитарно-гигиенический институт
Определение ртутьорганических лиохимиков		Киевский институт гигиены труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение эфирсульфоната		" "
Хроматографическое определение этилмеркурхлорида		ЛЕННИНГРАДТОКС
Фотометрическое определение этилмеркаптана		Ленинградский институт гигиены труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение этилхлорэтана		Новосибирский санитарный институт
Фотометрическое определение окиси мезитана		" "

## СОДЕРЖАНИЕ

ОГРН

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций тиофенфена в воздухе . . . . .	1
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций ацетальдегида в воздухе . . . . .	2
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций акрилонитрила в воздухе . . . . .	12
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций акриловой и метакриловой кислот в воздухе . . . . .	16
Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций акриловой и метакриловой кислот в воздухе . . . . .	20
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций аллилового спирта в воздухе . . . . .	24
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций первичных алифатических аминов в воздухе . . . . .	28
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 2-амино-1,3,5-триметилензола в воздухе . . . . .	33
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций $\Pi$ -анизидина в воздухе . . . . .	36
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций бериллия в воздухе . . . . .	40
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций ванилтолуола в воздухе . . . . .	45
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций дихлорэтана в воздухе . . . . .	49
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций диоксана в воздухе . . . . .	53
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций дикумилметана в воздухе . . . . .	58
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций диметилового эфира терефталевой кислоты в воздухе . . . . .	62

Методические указания по фотометрическому измерению концентрации динитрида алициновой кислоты в воздухе . . . . .	66
Методические указания по фотометрическому измерению концентрации 3,4-дихлорпропионатил- <sup>14</sup> в воздухе . . . . .	71
Методические указания по фотометрическому измерению концентрации изопрена в воздухе . . . . .	75
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций суммы карбонилов кобальта и продуктов их разложения в воздухе . . . . .	80
Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций карбазола в воздухе . . . . .	84
Методические указания по фотометрическому измерению концентрации коллидина . . . . .	88
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций карбина, тиодана, атразина и хлоразина в воздухе . . . . .	91
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций кротонового альдегида в воздухе . . . . .	100
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций малеинового ангидрида в воздухе . . . . .	105
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций окиси мезитила в воздухе . . . . .	109
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 1- и 2-метилнафталинов в воздухе . . . . .	113
Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций метилнафталина и нафталина в воздухе .	117
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций нафталина в воздухе . . . . .	121
Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций нафталина в воздухе . . . . .	125
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций нитроформа в воздухе . . . . .	129
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций пентахлорацетона и гексахлорацетона . . . . .	133