

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

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

**(переработанные и дополненные технические условия,
выпуск № 10)**

Москва – 1988 г.

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В
ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

(переработанные и дополненные технические условия, выпуск №10)

Москва-1988 г.

Методические указания по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и санитарных лабораторий промышленных предприятий при осуществлении контроля за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны, а также научно-исследовательских институтов Министерства здравоохранения СССР и других заинтересованных министерств и ведомств.

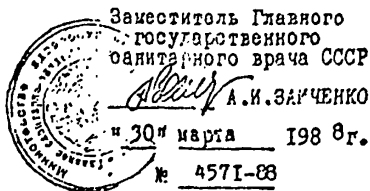
Методические указания разрабатываются и утверждаются с целью обеспечения контроля соответствия фактических концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны их предельно-допустимым концентрациям (ПДК)-санитарно-гигиеническим нормативам, утверждаемым Министерством здравоохранения СССР, оценки эффективности внедренных санитарно-гигиенических мероприятий, установления необходимости использования средств индивидуальной защиты органов дыхания, оценки влияния вредных веществ на состояние здоровья работающих и др.

Включенные в данный выпуск методические указания подготовлены в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005-76 "ССБТ. Воздух рабочей зоны. Общие санитарно-гигиенические требования" и ГОСТ 12.1.016-79 "ССБТ. Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерения концентраций вредных веществ" и одобрены Проблемной комиссией "Научные основы гигиены труда и профессиональной патологии". Методические указания являются обязательными при осуществлении вышеуказанного контроля.

Редакционная коллегия: Путилина О.Н., Бабина М.Д.,
Горская Р.В., Овечкин В.Г.

(Методические указания разрешается размножить в необходимом количестве экземпляров).

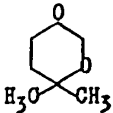

УТВЕРЖДАЮ



МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ
4,4-ДИМЕТИЛДИОКСАНА-1,3, ИЗОПРЕНА, МЕТАНОЛА, ТОЛУОЛА
В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Основные физико-химические свойства веществ представлены в
таблице 5.

Таблица 5
Физико-химические свойства веществ

Название вещества	Структурная формула	М.м.	Плот- ность, г/см ³	Т. кип., °С	Растворимость
4,4-дими- тилдиок- сан-1,3		116,16	0,963	133,40	Растворимость в воде 17,95% (20 °С)
Изопрен (2-Метил- бутади- ен-1,3)	$\text{CH}_2=\text{C}(\text{CH}_3)\text{CH}=\text{CH}_2$	68,11	0,681	34,07	Растворяется в спирте, эфи- ре
Метанол	CH_3OH	32,04	0,792	64,70	Хорошо раст- воряется в воде
Толуол		92,14	0,867	110,63	Хорошо раст- воряется в органических растворителях

В воздухе находятся в виде паров.

4,4-Диметилдиоксан-1,3 обладает наркотическим действием, избирательно влияет на печень и почки.

Изопрен в высоких концентрациях действует как наркотик, в малых - раздражает слизистые оболочки глаз, носа, гортани.

Пары метилового спирта очень токсичны и обладают кумулятивным действием. Поражают нервную систему и сосуды.

Пары толуола действуют на организм наркотически. Поражают нервную систему, кровь и кроветворные органы.

ПДК 4,4-Диметилдиоксана-1,3 в воздухе 3 мг/м^3 , изопрена - 40 мг/м^3 , метанола - 5 мг/м^3 , толуола - 50 мг/м^3 .

Характеристика метода

Метод основан на использовании газожидкостной хроматографии с применением пламенно-ионизационного детектора.

Отбор проб проводится без концентрирования.

Нижний предел измерения 4,4-диметилдиоксана-1,3, изопрена, метанола и толуола в хроматографируемом объеме пробы 0,001 мкг.

Нижний предел измерения 4,4-диметилдиоксана-1,3, изопрена, метанола и толуола в воздухе 1 мг/м^3 .

Диапазон измеряемых концентраций 4,4-диметилдиоксана-1,3 и метанола в воздухе от 1 до 10 мг/м^3 , изопрена и толуола от 1 до 100 мг/м^3 .

Измерению метанола мешает формальдегид.

Суммарная погрешность измерения не превышает $\pm 15 \%$.

Время выполнения измерения, включая отбор проб, около 10 мин.

Приборы, аппаратура и посуда

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором.

Генератор водорода СГС-2.

Хроматографическая колонка из нержавеющей стали длиной 3 м и внутренним диаметром 3 мм.

Шприцы медицинские стеклянные, ТУ 64-I-868-80, вместимостью 2, 50 и 100 мл.

Пипетки газовые, ГОСТ 18954-78, вместимостью 100-200 мл.

Бутили стеклянные вместимостью 20 л.

Линейка измерительная, ГОСТ 427-75.

Лупа измерительная, ГОСТ 8304-75.

Секундомер, ГОСТ 5072-79.

Реактивы, растворы и материалы

4,4-Диметилдиоксан-I,3, ч.

Изопрен, ОСТ 38-03-3I-8I, ч.

Метанол, ГОСТ 6995-77, хч.

Толуол, ГОСТ 5789-78, чда.

Хроматон *N*-AW-DMCS, фракция 0,2-0,25 мм - твердый носитель.

Реоплекс 400, для хроматографии - жидкая фаза.

Газообразные азот, ГОСТ 9293-80 или воздух, ГОСТ II882-73, в баллонах с редукторами.

Отбор пробы воздуха

Пробы воздуха отбирают в шприцы или газовые пипетки, через которые пропускают десятикратный объем анализируемого воздуха в течение 2-5 минут. Срок хранения отобранных проб 2-3 ч.

Подготовка к измерению

Приготовление хроматографической колонки. Колонку заполняют хроматоном *N*-AW-DMCS, обработанным Реоплексом 400 в количестве 15 % от массы носителя. Кондиционируют при 180 °С в течение 8-10 часов в токе азота. Сборку подготовку прибора проводят согласно инструкции.

Для количественного определения содержания изопрена, метанс-

ла, гольдула, 4,4-диметилдиоксана-1,3 применяют метод абсолютной градуировки с использованием градуировочных паровоздушных смесей, приготовленных статическим методом в бутылках вместимостью 20 л по каждому компоненту отдельно. Паровоздушные смеси готовят путем внесения определенного количества анализируемого вещества в бутылку. Смеси выдерживают в течение 30 мин, тщательно перемешивая. Концентрацию веществ определяют, исходя из плотности вещества и вместимости бутылки.

Рабочие смеси с содержанием 4,4-диметилдиоксана и метанола от 1 до 10 мг/м³, изопрена и толуола от 1 до 100 мг/м³ готовят в шприцах вместимостью 50-100 мл путем соответствующего разбавления исходной концентрации чистым воздухом. Количество 4,4-диметилдиоксана-1,3 и метанола в хроматографируемом объеме пробы составляет 0,001 - 0,01 мкг, изопрена и толуола - 0,001-0,1 мкг. По 1 мл каждой паровоздушной смеси вводят через самоуплотняющуюся мембрану в хроматограф.

Условия хроматографирования градуировочных смесей и анализируемых проб:

Температура термостата колонки	110 °С
Температура испарителя	150 °С
Скорость потока газа-носителя (азота)	20 мл/мин
Скорость потока водорода	30 мл/мин
Скорость потока воздуха	300 мл/мин
Скорость движения диаграммной ленты	240 мм/ч
Время удерживания: изопрена	1 мин
метанола	1 мин 54 с
толуола	3 мин 12 с
4,4-диметилдиоксана-1,3	5 мин

Измеряют площадь пика и строят градуировочную кривую, выражающую зависимость площади пика (мм²) от количества компонента(мкг).

Построение градуировочного графика необходимо проводить по 5 точкам, проводя 5 параллельных определений для каждой концентрации. Проверка градуировочного графика проводится при изменении условий анализа, но не реже 1 раза в 3 месяца.

Проведение измерения

Пробу воздуха из пипетки или шприца в количестве 1 мл вводят медицинским шприцем в хроматограф через самоуплотняющуюся мембрану испарителя. Записывают хроматограмму, вычисляют площадь пика и по градуировочному графику находят количество измеряемого вещества.

Расчет концентрации

Концентрацию вещества "С" в воздухе (в мг/м³) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \cdot 1000}{V}, \text{ где}$$

a - содержание вещества, найденное по градуировочному графику, мг;

V - объем воздуха, отобранный для анализа ;мл;

1000 - коэффициент пересчета.

Приложение I

Приведение объема воздуха к температуре 20 °С и давлению 760 мм рт.ст. проводят по следующей формуле:

$$V_{20} = \frac{V_t(273 + 20) \cdot P}{(273 + t^0) \cdot 101,33} ,$$

где V_t - объем воздуха, отобранный для анализа, л;

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

t^0 - температура воздуха в месте отбора проб, °С.

Для удобства расчета V_{20} следует пользоваться таблицей коэффициентов (приложение 2). Для приведения объема воздуха к температуре 20 °С и давлению 760 мм рт.ст. надо умножить V_t на соответствующий коэффициент.

Коэффициент K для приведения объема воздуха к стандартным условиям

Давление P, кПа/мм рт.ст.

°C	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	1,1582	1,1646	1,1709	1,1772	1,1836	1,1899	1,1963	1,2026	1,2058	1,2122
-28	1,1393	1,1456	1,1519	1,1581	1,1644	1,1705	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	1,1400	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	0,9783	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	0,9655	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	0,9199	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,9421	0,9471

Приложение 3

Перечень учреждений, представивших методические указания
по измерению концентраций вредных веществ в
воздухе рабочей зоны

№№ п/п	Методические указания	Учреждение, представившее методические указания
1	2	3
1.	Газохроматографическое измерение концентрации бутилового эфира 2,4-дихлорфеноксиуксусной кислоты	Белорусский НИ санитарно-гигиенический институт
2.	Газохроматографическое измерение концентрации винилацетата, этилацетата, пропилацетата, бутилацетата и амил-ацетата	ЦНИЛ газобезопасности, г.Куйбышев
3.	Газохроматографическое измерение концентраций гексилового и октилового спиртов	Новосибирский НИИ гигиены ИЗ РСФСР
4.	Фотометрическое измерение концентрации гидроперекиси изопропилбензола	Московский НИИ гигиены им. Ф.Ф.Эрисмана
5.	Фотометрическое измерение концентрации глицидола	ЦНИЛ газобезопасности, г.Куйбышев.
6.	Измерение концентрации дибензилкетона методом тонкослойной хроматографии	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г.Тбилиси
7.	Газохроматографическое измерение концентраций 4,4-диметилдиоксана-1,3, изопрена, метанола, толуола	ЦНИЛ газобезопасности, г.Куйбышев
8.	Фотометрическое измерение концентрации 4,4-диметилдиоксана-1,3	Московский НИИ гигиены им. Ф.Ф.Эрисмана
9.	Фотометрическое измерение концентрации диоксида хлора	Институт Проектпром-вентиляции, г.Москва
10.	Фотометрическое измерение концентраций едких щелочей и карбоната натрия	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г.Донецк
11.	Газохроматографическое измерение концентрации изооктилового спирта	ВНИИ нефтехимических процессов, г.Ленинград
12.	Газохроматографическое измерение концентраций изопропилового спирта, пропана, гексана	ЦНИЛ газобезопасности, г.Куйбышев

Продолжение приложения 3

1	2	3
13.	Полярнографическое измерение концентраций меди, никеля и кобальта	Ленинградский Всесоюзный НИИ охраны труда
14.	Газохроматографическое измерение концентрации мезитилена	Ангарский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
15.	Фотометрическое измерение концентрации мезитилена	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г.Донецк
16.	Измерение концентрации метилбензилкетона методом тонкослойной хроматографии	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г.Тбилиси
17.	Измерение концентрации нитрита дициклогексилamina (ингибитора НДА) методом тонкослойной хроматографии	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г.Киев
18.	Фотометрическое измерение концентраций органических перекисей (трет-бутилперцетата, трет-бутилпербензоата, трет-бутилгидроперекиси, гидроперекиси изопропилбензола, гидроперекиси <i>m</i> -диизопропилбензола)	НИИ гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
19.	Фотометрическое измерение концентраций перекиси водорода и органических перекисей	ПО Оргсинтез, г.Казань
20.	Газохроматографическое измерение концентраций пропионовой, α -монохлорпропионовой (α -МХП) и α, α -дихлорпропионовой (α, α -ДХП) кислот	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г.Горький
21.	Фотометрическое измерение концентраций серной кислоты и диоксида серы	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г.Донецк Институт Проектпромышленности, г.Москва
22.	Фотометрическое измерение концентрации стеарата цинка	Филиал ВНИИ ХИМПРОЕКТ, г.Щекино Тульской обл.
23.	Газохроматографическое измерение концентраций трикрезола (смесь <i>o</i> -, <i>m</i> -, <i>p</i> -крезолов) и фенола	ВНИИ кабельной промышленности, г.Юрмала
24.	Газохроматографическое измерение концентраций уксусной кислоты и метанола	ИНИЛ газобезопасности, г.Куйбышев
25.	Фотометрическое измерение концентрации уксусной кислоты	ВНИИОТ ВЦСПС, г.Ленинград

Продолжение приложения 3

1	2	3
26. Газохроматографическое измерение концентраций углеводов	ПО Сргсинтез, г. Казань	
27. Газохроматографическое измерение концентрации фенантрена	Белорусский НИ санитарно-гигиенический институт	
28. Газохроматографическое измерение концентрации формальдегида	ВНИИОТ, г. Свердловск	
29. Фотометрическое измерение концентрации фурфуролового спирта	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г. Донецк	
30. Газохроматографическое измерение концентрации фурфуролового спирта	- " -	
31. Газохроматографическое измерение концентраций фурфуурола, метилфурфуурола, фурфуролового, метилфурфуролового и тетрагидрофурфуролового спиртов	НПО ГИДРОЛИЗПРОМ, г. Ленинград	
32. Фотометрическое измерение концентрации циклогексана	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г. Донецк	
33. Фотометрическое измерение концентрации циклогексид-амина	- " -	
34. Фотометрическое измерение концентраций хлорангидридов акриловой и метакриловой кислот и метакрилового ангидрида	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г. Горький	
35. Измерение концентрации хлорбензилкетона методом тонкослойной хроматографии	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г. Тбилиси	
36. Фотометрическое измерение концентрации этилцеллозольва	ЦНИЛ газобезопасности, г. Куйбышев	
37. Фотометрическое измерение концентраций бромидов и иодидов таллия	ВНИИОТ, г. Свердловск	

СОДЕРЖАНИЕ

	Стр.
1. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации бутилового эфира 2,4-дихлорфеноксиуксусной кислоты в воздухе рабочей зоны ..	3
2. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций винилацетата, этилацетата, пропилацетата, бутилацетата и амилацетата в воздухе рабочей зоны	8
3. Методические указания по фототурбидиметрическому измерению концентрации гексахлорбензола в воздухе рабочей зоны	13
4. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций гексилового и октилового спиртов в воздухе рабочей зоны	17
5. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации гидроперекиси изопропилбензола в воздухе рабочей зоны	22
6. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации глицидола в воздухе рабочей зоны	
7. Методические указания по измерению концентрации дибензилкетона в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии	27
8. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 4,4-диметилдиоксана-1,3, изопрена, метанола, толуола в воздухе рабочей зоны ..	31
9. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации 4,4-диметилдиоксана-1,3 в воздухе рабочей зоны	40

10. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации диоксида хлора в воздухе рабочей зоны	44
11. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций едких щелочей и карбоната натрия в воздухе рабочей зоны	49
12. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации изобутилена в воздухе рабочей зоны	56
13. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации изооктилового спирта в воздухе рабочей зоны	61
14. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций изопропилового спирта, пропана, гексана в воздухе рабочей зоны	65
15. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации карбоната циклогексиламина в воздухе рабочей зоны	70
16. Методические указания по полярографическому измерению концентраций меди, никеля и кобальта в воздухе рабочей зоны	74
17. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации мезитилена в воздухе рабочей зоны	81
18. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации мезитилена в воздухе рабочей зоны	85
19. Методические указания по измерению концентрации метилбензилкетона в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии	89

20. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации нитрита дициклогексилламина (ингибитора НДА) в воздухе рабочей зоны	93
21. Методические указания по измерению концентрации нитрита дициклогексилламина (ингибитора НДА) в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии .	98
22. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций органических перекисей (трет-бутилперцетата, трет-бутилпербензоата, трет-бутилгидроперекиси изопропилбензола, гидроперекиси м-диизопропилбензола) в воздухе рабочей зоны	103
23. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций перекиси водорода и органических перекисей в воздухе рабочей зоны	109
24. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций пропионовой, α -монохлорпропионовой (α -ХП) и α, α -дихлорпропионовой (α, α -ДХП) кислот в воздухе рабочей зоны	115
25. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций серной кислоты и диоксида серы в присутствии сульфатов в воздухе рабочей зоны	122
26. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации стеарата цинка в воздухе рабочей зоны	129
27. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций трикрезола (смесь о-, м-, п-крезолов) и фенола в воздухе рабочей зоны	133
28. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций уксусной кислоты и метано-	

Стр.

ла в воздухе рабочей зоны	139
29. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации уксусной кислоты в воздухе рабочей зоны	144
30. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций углеводородов в воздухе рабочей зоны	148
31. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации фенантрена в воздухе рабочей зоны	154
32. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации формальдегида в воздухе рабочей зоны	159
33. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации фурфурилового спирта в воздухе рабочей зоны	165
34. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций фурфурилового спирта и фенола в воздухе рабочей зоны	169
35. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций фурфурола, метилфурфурола, фурфуролового, метилфурфуролового и тетрагидрофурфуролового спиртов в воздухе рабочей зоны	175
36. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации циклогексана в воздухе рабочей зоны	181
37. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации циклогексилamina в воздухе рабочей зоны	186

38. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций хлорангидридов акриловой и метакриловой кислот и метакрилового ангидрида в воздухе рабочей зоны	192
39. Методические указания по измерению концентрации хлорбензилкетона в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии	198
40. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации хромата циклогексиламина в воздухе рабочей зоны	202
41. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации этилцеллозолва в воздухе рабочей зоны	206
42. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций брома и иодида таллия в воздухе рабочей зоны	213
Приложение 1	219
Приложение 2	220
Приложение 3	221

Л - 41220 от 20.04.85 п. л. 14.25 Зак. № 1563 Тир. 1000