МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

# МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

# ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

**(переработанные технические условия, выпуск 8)**

Москва – 1983 г.

gost.e-ecolog.ru

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

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

/переработанные технические условия выпуск 8/

Москва - 1983 г.

Сборник Методических указаний составлен на основе ранее опубликованного 8 выпуска технических условий. Включенные в сборник методики переработаны в соответствии с требованиями ГОСТ'а I2.I.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.

Редакционная коллегия: Р.Н.Македонская, С.И.Муравьева
Т.В.Соловьева, В.Г.Овечкин

## С О Д Е Р Ж А Н И Е


стр.

I. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций азотистокислого натрия в воздухе .. 4

2. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций алюминийорганических соединений в воздухе . . . . . 8

3. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций аминазина в воздухе . . . . . 13

4. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 5-амино-8-окси-3,7-дибром-I,4-нафтохинонимина в воздухе . . . . . 17

5. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций антрацена в воздухе . . . . . 21

6. Методические указания по измерению концентраций бромистого метила в воздухе . . . . . 25

7. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций винилбутилового эфира в воздухе . 29

8. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций I,2-дибромпропана в воздухе . . . 33

9. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций диметилацетамида в воздухе . . . . 37

10. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций о-дихлорбензола и п-дихлорбензола в воздухе . . . . . 41

II. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 2,3-дихлор-I,4-нафтохинона в воздухе . . . . . 46

I2. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций диэтилхлортиофосфата в воздухе . . 50

I3. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций изопропилхлорформиата /изопропилхлоркарбоната/ в воздухе . . . . . 55

отр.

I4. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций кадмия в воздухе . . . . . 60

I5. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций метилнитрофоса в воздухе . . . . . 64

I6. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 4-метиламино-I-оксиэтиламино-антрахинона в воздухе . . . . . 68

I7. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций нитрометана в воздухе . . . . . 71

I8. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций п-оксидифениламина в воздухе . . . 75

I9. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций перхлорметилмеркаптана в воздухе . 78

20. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций симазина, пропазина и антразина в воздухе . . . . . 82

2I. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций симазина в воздухе . . . . . 86

22. Методические указания по полярографическому измерению концентраций сурьмы в воздухе . . . . . 90

23. Методические указания по полярографическому измерению концентраций пятихлористой сурьмы в воздухе . . 97

24. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций толуола, бутилацетата и бутилового спирта в воздухе . . . . . 102

25. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций треххлористой и треххлористой сурьмы в воздухе . . . . . 107

26. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций трихлорэтилена, тетрахлорэтана и тетрабромэтана в воздухе . . . . . 111

27. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций трихлорэтилена и тетрахлорэтилена /перхлорэтилена/ в воздухе . . . . . 117

стр.

28. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций тетрахлорэтилена /перхлорэтилена/ в воздухе . . . . . 121

29. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций трикрезилфосфата и триксиленилфосфата в воздухе . . . . . 126

30. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций трихлорбензола в воздухе . . . . . 131

31. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций солянокислого п-фенетидина в воздухе . . . . . 135

32. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 3-хлор-1-бромпропана и 2-хлорэтансульфохлорида в воздухе . . . . . 139

33. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций м-хлорфенилизоцианата и п-хлорфенилизоцианата в воздухе . . . . . 145

34 Методические указания по фотометрическому измерению концентраций п-хлоранилина и м-хлоранилина в воздухе . . . . . 149

35. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций хлорбензола и бромбензола в воздухе . . . . . 153

36. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций хлорангидрида трихлоруксусной кислоты в воздухе . . . . . 158

37. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций цианурхлорида /хлористого цианура/ в воздухе . . . . . 162

Приложение 1. Приведение объема воздуха к стандартным условиям . . . . . 167

Приложение 2. Таблица коэффициентов для различных температур и давления . . . . . 168

Приложение 3. Список институтов, представивших методики . . . . . 169

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Главного государственного санитарного врача СССР
А.И.ЗАЙЧЕНКО
"22" апреля 1983 г.
№ 2768 - 83

# МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ТРИХЛОРЭТИЛЕНА И ТЕТРАХЛОРЭТИЛЕНА /перхлорэтилена/ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

**Тетрахлорэтилен** M = 165,82

$CCl_2 = CCl_2$

Желтый порошок. Плотность 2,98 при 20°, $T_{пл}$ 187°, $T_{кип}$ – возгоняется.

Растворяется в сероуглероде, бензоле, хлороформе, толуоле, трудно растворим в спирте и эфире. В воде нерастворим.

**Трихлорэтилен** M = 131,38

$CHCl = CCl_2$

Бесцветная жидкость. Плотность 1,489 при 15°, $T_{пл}$ – 86,4°, $T_{кип}$ 88–90°. Растворяется в этиловом спирте и эфире, в воде малорастворим.

## I. Характеристика метода

Определение основано на использовании метода газо-жидкостной хроматографии на приборе с электронно-захватным детектором.

Отбор проб проводится с концентрированием в изопропиловый или этиловый спирт.

Предел измерения трихлорэтилена 0,0002 мкг, тетрахлорэтилена - 0,00005 мкг в анализируемом объеме раствора.

Предел измерения в воздухе 5 мг/м$^3$ /при отборе 0,2 л для трихлорэтилена и 0,05 л для тетрахлорэтилена/.

Диапазон измеряемых концентраций от 5 до 50 мг/м$^3$.

Определению не мешают дихлорэтан, хлорбензолы.

Граница суммарной погрешности измерения не превышает ±10%.

Предельно допустимая концентрация для трихлорэтилена и тетрахлорэтилена в воздухе 10 мг/м$^3$.

## 2. Реактивы, растворы и материалы

Трихлорэтилен, х.ч., ТУ 6-09-1012-79.

Тетрахлорэтилен; х.ч., ТУ 6-09-4084-75.

Изопропиловый спирт, ч.д.а., ТУ 711-24-68.

или этиловый спирт /ректификат/.

Твердый носитель - силанизированный хроматон N-AW, фракция 0,2-0,25 мм.

Неподвижная фаза - Лукоойл МГ /полифенилметилсилоксановая жидкость/.

Газообразный азот ос.ч. в баллоне с редуктором.

## 3. Приборы и посуда

Хроматограф с электронно-захватным детектором

Колонка хроматографическая стеклянная длиной I м, диаметром 4 мм

Шприц медицинский на 100 и 200 мл

Микрошприц на I0 мкл

Колбы мерные, ГОСТ I770-74, вместимостью 25 мл

Пробирки градуированные с притертыми проб..ми, вместимостью 5 мл

Поглотительные сосуды Зайцева

Пипетки градуированные, ГОСТ I770-74, вместимостью I, 2, 5 и I0 мл

## 4. Проведение измерения

### Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 0,2 л/мин аспирируют с помощью медицинского шприца на I00 или 200 мл через поглотительный сосуд Зайцева с 5 мл изопропилового или этилового спирта. Для определения I/2 ПДК трихлорэтилена достаточно отобрать 200 мл воздуха, тетрахлорэтилена – 50 мл воздуха.

### Условия анализа

#### Приготовление насадки для хроматографической колонки

Хроматон N-AW силанизированный /IC г/ заливают в круглодонной колбе раствором Лукоойла МГ /полифенилметилсилоксановой жидкости/ /I г/ в хлороформе. Растворитель отгоняют под вакуумом на водяной бане с использованием роторного испарителя. Сухой насадкой под давлением или вакуумом набивают колонку. Кондиционирование колонки ведут при 200°С в течение I2 часов.

Содержимое поглотителей переносят в пробирки и доливают объем пробирки до 5 мл. Для анализа берут I мкл спиртового раствора и вводят через самоуплотняющуюся мембрану в испаритель хроматографа.

| | |
|---|---|
| Длина колонки | 2 м |
| Диаметр колонки | 4 мм |
| Насадка | Силанизированный хроматон с 10% Луксонка МГ |
| Температура колонки | 50°С |
| Температурный режим | изотермический |
| Температура испарителя | 150°С |
| Температура детектора | 100°С |
| Скорость потока газа-носителя /азота/ со.ч. | 30 мл/мин |
| Скорость диаграммной ленты | 1800 мм/час |
| Объем вводимой пробы | 1 мкл |
| Продолжительность определения | 3 мин |
| Время удерживания трихлорэтилена | 1 мин 12 с |
| Время удерживания тетрахлорэтилена | 2 мин 44 с. |

Для калибровки прибора готовят в мерных колбах серию стандартных растворов в спирте с содержанием трихлорэтилена 0,2 – 2 мкг/мл и тетрахлорэтилена 0,05–0,5 мкг/мл. Градуировочный график строят в координатах: высота пика /мм/ – концентрация вещества /мкг/мл/. Построение градуировочного графика необходимо проводить по 5 точкам, проводя 5 параллельных определений для каждой концентрации.

Концентрацию трихлорэтилена и тетрахлорэтилена в мг/м$^3$ воздуха /Х/ вычисляют по формуле:

$$X = \frac{Y \cdot V_1}{V_{20}}$$, где

$Y$ – количество вещества, найденное по градуировочному графику, мкг/мл;

$V_1$ – общий объем пробы, мл;

$V_{20}$ – объем воздуха /л/, взятый для анализа и приведенный к стандартным условиям по формуле /см. приложение 1/.

Приложение I

Приведение объема воздуха к стандартным условиям проводят по следующей формуле:

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

$V_t$ – 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 $V_t$ на соответствующий коэффициент.

Приложение 2

# К О Э Ф Ф И Ц И Е Н Т Ы

Для приведения объема воздуха к стандартным условиям: температура +20°С и атмосферное давление 101,33 кПа /760 мм рт.ст./

| °С | Давление Р, кПа | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 97,33 | 97,86 | 98,40 | 98,93 | 99,46 | 100 | 100,53 | 101,06 | 101,33 | 101,86 | 102,40 |
| -30 | 1.1582 | 1.1646 | 1.1709 | 1.1772 | 1.1836 | 1.1899 | 1.1963 | 1.2026 | 1.2058 | 1.2122 | 1.2185 |
| -26 | 1.1393 | 1.1456 | 1.1519 | 1.1581 | 1.1644 | 1.1705 | 1.1768 | 1.1831 | 1.1862 | 1.1925 | 1.1986 |
| -22 | 1.1212 | 1.1274 | 1.1336 | 1.1396 | 1.1458 | 1.1519 | 1.1581 | 1.1643 | 1.1673 | 1.1735 | 1.1795 |
| -18 | 1.1036 | 1.1097 | 1.1158 | 1.1218 | 1.1278 | 1.1338 | 1.1399 | 1.1460 | 1.1490 | 1.1551 | 1.1611 |
| -14 | 1.0866 | 1.0926 | 1.0986 | 1.1045 | 1.1105 | 1.1164 | 1.1224 | 1.1284 | 1.1313 | 1.1373 | 1.1432 |
| -10 | 1.0701 | 1.0760 | 1.0819 | 1.0877 | 1.0936 | 1.0994 | 1.1053 | 1.1112 | 1.1141 | 1.1200 | 1.1258 |
| -6 | 1.0540 | 1.0599 | 1.0657 | 1.0714 | 1.0772 | 1.0829 | 1.0887 | 1.0945 | 1.0974 | 1.1032 | 1.1089 |
| -2 | 1.0385 | 1.0442 | 1.0499 | 1.0556 | 1.0613 | 1.0669 | 1.0726 | 1.0784 | 1.0812 | 1.0869 | 1.0925 |
| 0 | 1.0309 | 1.0366 | 1.0423 | 1.0477 | 1.0535 | 1.0591 | 1.0648 | 1.0705 | 1.0733 | 1.0789 | 1.0846 |
| +2 | 1.0234 | 1.0291 | 1.0347 | 1.0402 | 1.0459 | 1.0514 | 1.0571 | 1.0627 | 1.0655 | 1.0712 | 1.0767 |
| +6 | 1.0087 | 1.0143 | 1.0198 | 1.0253 | 1.0309 | 1.0363 | 1.0419 | 1.0475 | 1.0502 | 1.0557 | 1.0612 |
| +10 | 0.9944 | 0.9999 | 1.0054 | 1.0108 | 1.0162 | 1.0216 | 1.0272 | 1.0326 | 1.0353 | 1.0407 | 1.0460 |
| +14 | 0.9806 | 0.9860 | 0.9914 | 0.9967 | 1.0027 | 1.0074 | 1.0128 | 1.0183 | 1.0209 | 1.0263 | 1.0316 |
| +18 | 0.9671 | 0.9725 | 0.9778 | 0.9830 | 0.9884 | 0.9936 | 0.9989 | 1.0043 | 1.0069 | 1.0122 | 1.0175 |
| +20 | 0.9605 | 0.9658 | 0.9711 | 0.9763 | 0.9816 | 0.9868 | 0.9921 | 0.9974 | 1.0000 | 1.0053 | 1.0105 |
| +22 | 0.9539 | 0.9592 | 0.9645 | 0.9696 | 0.9749 | 0.9800 | 0.9853 | 0.9906 | 0.9932 | 0.9985 | 1.0036 |
| +24 | 0.9475 | 0.9527 | 0.9579 | 0.9631 | 0.9683 | 0.9735 | 0.9787 | 0.9839 | 0.9865 | 0.9917 | 0.9968 |
| +26 | 0.9412 | 0.9464 | 0.9516 | 0.9566 | 0.9618 | 0.9669 | 0.9721 | 0.9773 | 0.9799 | 0.9851 | 0.9902 |
| +28 | 0.9349 | 0.9401 | 0.9453 | 0.9503 | 0.9555 | 0.9605 | 0.9657 | 0.9708 | 0.9734 | 0.9785 | 0.9836 |
| +30 | 0.9288 | 0.9339 | 0.9391 | 0.9440 | 0.9492 | 0.9542 | 0.9594 | 0.9645 | 0.9670 | 0.9723 | 0.9772 |
| +34 | 0.9167 | 0.9218 | 0.9268 | 0.9318 | 0.9368 | 0.9418 | 0.9468 | 0.9519 | 0.9544 | 0.9595 | 0.9644 |
| +38 | 0.9049 | 0.9099 | 0.9149 | 0.9198 | 0.9248 | 0.9297 | 0.9347 | 0.9397 | 0.9421 | 0.9471 | 0.9520 |

Приложение 3

## С П И С О К

### институтов, предоставивших методики в данный сборник

| Вещество | Наименование института |
|---|---|
| 1 | 2 |
| Азотистокислый натрий | Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г. Москва |
| Алюминийорганические соединения | Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г. Москва |
| Аминазин | Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г. Москва |
| Антрацен | Свердловский институт гигиены труда и профзаболеваний |
| Бромистый метил | Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний |
| Винилбутиловый эфир | Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний |
| 1,2-Дибромпропан | Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний |
| Диметиланетамид | Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г. Москва |
| о-Дихлорбензол и п-Дихлорбензол | Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний |
| 2,3-Дихлор-1,4-нафтохинон | Харьковский институт гигиены труда и профзаболеваний |
| Диэтилхлортиофосфат | Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний |
| Изопропилхлорформиат /изопропилхлоркарбонат/ | Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний |
| Кадмий | Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г. Москва |
| Метилнитрофос | ВНИИГинтоко, г. Киев |

| 1 | 2 |
|---|---|
| Нитрометан | Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний |
| Перхлорметилмеркаптан | Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний |
| Симазин | Институт железнодорожной гигиены ГСУ МПС, г. Москва |
| Симазин, пропазин, атразин | Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний |
| Сурьма | Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г. Москва, Ленинградский институт охраны труда |
| Пятихлористая сурьма | Ленинградский институт охраны труда |
| Толуол, бутилацетат, бутиловый спирт | Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г. Москва |
| Трехфтористая и треххлористая сурьма | Ленинградский институт гигиены труда и профзаболеваний |
| Трихлорэтилен, тетрахлорэтан, тетрабромэтан | Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний |
| Трихлорэтилен, тетрахлорэтилен | Белорусский санитарно-гигиенический институт, г.Минск, Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний |
| Трикрезилфосфат и трикоиленилфосфат | Ленинградский институт гигиены труда и профзаболеваний |
| Трихлорбензол | Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний |
| о-Хлорфенилизоцианат и п-хлорфенилизоцианат | Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний |
| Хлорбензол и бромбензол | Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний |
| Хлорангидрид трихлоруксусной кислоты | Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний |
| Цианурхлорид | Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний |

gost.e-ecolog.ru

А-72113 от 14.08.63г. Зак. 1595 Тир. 7160.
Типография Министерства Здравоохранения СССР.