МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Выпуск XXII

Часть II

Москва - 1988

gost.e-ecolog.ru

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Выпуск XXII

Часть II

Москва - 1988

Аннотация.

Методические указания по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны предназначены для работников 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 разработаны и утверждены с целью обеспечения контроля соответствия фактических концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны к 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.

Включенные в данный выпуск Методические указания подготовлены в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005-88" ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны" и ГОСТ 12.1.016-79 "ССБТ. Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерения концентрации вредных веществ" и одобрены Проблемной комиссией "Научные основы гигиены труда и профессиональной патологии". Методические указания являются обязательными при осуществлении вышеуказанного контроля.

Редакционная коллегия: Е.К.Прохорова, Л.А.Гребенникова, З.В.Зайцева, А.Г.Осипова, Г.А.Дьякова, Р.И.Македонская, В.Г.Овечкин

Методические указания разрешается размножить в необходимом количестве экземпляров.

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного

государственного санитарного

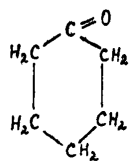
врача СССР

_____ А.И.Заиченко

"21" января 1987 г.

Ю 4[illegible]

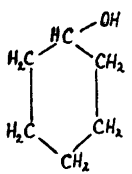
МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ ЦИКЛОГЕКСАНОНА И ЦИКЛОГЕКСАНОЛА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



М.м.98,15

Циклогексанон (ЦГон) - бесцветная жидкость, т.кип. 156,7°С, т.плавл.минус 45°С.; плотн.при 20°С 0,9466 г/см³.

Хорошо растворим в этаноле и эфире. Растворимость в воде 2,4 г на 100 мл (при 31°С).



М.м.100,16

Циклогексанол (ЦГол) - бесцветные гигроскопичные иглы, т. кип.161°С; т.плавл.25,4°С; плотн.при 30°С 0,9416 г/см³.

Хорошо растворим в этаноле и эфире. Растворимость в воде 5,67г на 100 мл (при 15°С).

В воздухе ЦГон и ЦГол находятся в виде паров. Обладают раздражающим действием на слизистые оболочки, способны проникать в организм человека через кожу.

ПДК циклогексанона 10 мг/м^3, циклогексанола не установлена.

Характеристика метода

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

Отбор проб проводят с концентрированием в поглотительный раствор.

Нижний предел измерения циклогексанона и циклогексанола в хроматографируемом объеме раствора 0,001 мкг.

Нижний предел измерения в воздухе ЦГона и ЦГола 1 мг/м^3 (при отборе 2 л).

Диапазон измеряемых концентраций веществ в воздухе от 1 до 30 мг/м^3.

Измерению не мешают бензол, циклогексан.

Суммарная погрешность измерения не превышает ±15%.

Время выполнения измерения 25 мин, включая отбор пробы.

Приборы, аппаратура, посуда

Хроматограф с пламенно-ионизационным детекором.

Хроматографическая колонка из стали (3м х 3 мм).

Установка компрессорная УК-40.

Аспирационное устройство.

Поглотительные сосуды с пористой пластинкой № 1.

Пробирки, ГОСТ 10515-75, с пришлифованными пробками вмести-

мостью 5 мл с делениями.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, вместимостью 10 - 100 мл.

Пипетки, ГОСТ 20292-74, вместимостью 1,2 и 5 мл с делениями.

Микрошприцы МШ-10, ГОСТ 8043-74,

Секундомер. ГОСТ 5072-79.

Линейка измерительная. ГОСТ 427-75.

Лупа измерительная ГОСТ 8304-75.

Реактивы, растворы и материалы

Циклогексанол, ТУ 6-09-06-101-72, х.ч.

Циклогексанон, ТУ 6П-71-72, х.ч.

Хроматографическая насадка - хроматон *N-AW* с 15% силикона ДС-550 фирмы "Хемапол" ЧССР, фракция 0,15-0,20 мм.

Газообразные азот, ГОСТ 9293-79 и водород, ГОСТ 3022-80 в баллонах с редукторами.

Стандартные растворы № 1 концентрацией ЦГола и ЦГона 200 мкг/мл готовят растворением 20 мг каждого компонента в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 100 мл. Соответствующим разбавлением готовят стандартные растворы №2 концентрациями ЦГола и ЦГона по 10 мкг/мл. Стандартные растворы устойчивы в течение 6 месяцев.

Отбор пробы воздуха

Воздух с объемным расходом 0,2 л/мин аспирируют через поглотительный сосуд с 10 мл дистиллированной воды. Для измерения следует отобрать 1 л воздуха.

Подготовка к измерению

Хроматографическую колонку заполняют насадкой с помощью вакуума и механической вибрации, устанавливают в термостат хроматографа и кондиционируют в токе азота (скорость 30-40 мл/мин) при температуре 180°С в течение 15-20 ч, после чего подсоединяют к детектору и проверяют нулевую линию при рабочей температуре. Общую подготовку прибора осуществляют согласно инструкции.

Градуировочные растворы концентрациями от 0,2 до 6 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением стандартных растворов №2 водой.

Градуировочные растворы устойчивы в течение месяца.

По 5 мкл каждого градуировочного раствора вводят в хроматограф через самоуплотняющуюся мембрану.

На основании полученных хроматограмм для каждого анализируемого вещества строят градуировочный график, выражающий зависимость площадей пиков ($мм^2$) от количества компонента (мкг). Площадь пика вычисляют умножением высоты пика, на ширину, измеренную на половине высоты.

График строят не менее, чем по шести точкам, проводя пять параллельных измерений для каждой концентрации.

Условия хроматографирования градуировочных растворов и анализируемых проб:

Температура термостата колонок	130°С
Температура испарителя	180°С
Скорость потока газа-носителя (азота)	40 мл/мин
-"- водорода	30 мл/мин
-"- воздуха	300 мл/мин
Скорость движения диаграммной ленты	360 мм/ч
Объем вводимой пробы	5 мкл

Время удерживания: циклогексанола 7 мин 4 с

циклогексанона 8 мин 45 с

Проведение измерения

Раствор из поглотительного сосуда переливают в пробирку и отбирают 5 мкл (тем же микрошприцем, что и для градуировочных растворов) и вводят в хроматограф. Затем записывают хроматограмму, вычисляют площадь пика и по градуировочному графику находят количество измеряемого компонента в хроматографируемом объеме раствора пробы.

Расчет концентрации

Концентрацию С ЦГона и ЦГола в воздухе (в мг/м^3) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \cdot b}{\delta \cdot v}$$, где

a - количество вещества, найденное по градуировочному графику, мкг;

b - общий объем раствора пробы, мл;

δ - объем раствора пробы, взятый для анализа, мл;

v - объем воздуха (в л), отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям (см.приложение № I).

ПРИЛОЖЕНИЕ I

Справочное

Приведение объема воздуха к условиям по ГОСТ I2.I.0I6-79 (температура 20°С, давление 760 мм рт.ст.) проводят по следующей формуле:

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

V_t - объем воздуха ,отобранный для анализа, л;

P - барометрическое давление, кПа (I0I,33 кПа = 760 мм рт.ст.);

t° - температура воздуха в месте отбора пробы, °С.

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

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

Справочное

Коэффициент k для приведения объема воздуха к условиям по ГОСТ 12.1.016-79

°С	Давление Р, 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	1,1582	1,1646	1,1709	1,1772	1,1836	1,1899	1,1963	1,2026	1,2058	1,2122
-26	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	1,1159	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	1,0986	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	0,999	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	0,9880	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	0,9891	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	0,248	0,9297	0,9347	0,9397	0,9421	0,9471

ПРИЛОЖЕНИЕ 3

ПЕРЕЧЕНЬ ОРГАНИЗАЦИЙ, ПРЕДСТАВИВШИХ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

№ п/п	Методические указания	Организация, представившая методические указания
1.	Фотометрическое измерение аллилхлорформиата в воздухе рабочей зоны	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г.Горький
2.	Ионометрическое измерение аммиака в воздухе рабочей зоны	НИУИФ НПО "Минудобрения" и ВЦНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
3.	Газохроматографическое измерение алифатических спиртов C_1-C_8 в воздухе рабочей зоны	НИИГТиПЗ, г.Москва
4.	Газохроматографическое измерение ацетальдегида и винилацетата в воздухе рабочей зоны	НИИГТиПЗ, г.Москва
5.	Газохроматографическое измерение бензилового спирта, бензилацетата и бензальдегида в воздухе рабочей зоны	Областная СЭС, г.Иваново
6.	Фотометрическое измерение бензоата моноэтаноламина (ингибитора БМЭА) в воздухе рабочей зоны	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г.Киев
7.	Газохроматографическое измерение бензола, толуола и п-ксилола в воздухе	ВЦНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
8.	Газохроматографическое измерение бензина и этилацетата в воздухе рабочей зоны с применением пассивных дозиметров	НИИГТиПЗ, г.Москва
9.	Измерение 3,4-бенз(а)пирена методом жидкостной хроматографии в воздухе рабочей зоны	НИИГТиПЗ, г.Москва

Продолжение

№ п/п	Методические указания	Организация, представившая методические указания
10.	Фотометрическое измерение ванадия и его соединений в воздухе рабочей зоны	ВЦНИИОТ ВЦСПС, г.Москва и ВНИИТБчермет, г.Челябинск
11.	Газохроматографическое измерение винилфосфата в воздухе рабочей зоны	ВНИИХСЭР, г.Москва
12.	Фотометрическое измерение гексабромбензола в воздухе рабочей зоны	ВНИИГИНТОКС, г.Киев
13.	Хроматографическое измерение гексаметилендиамина в воздухе рабочей зоны	НИИГТиПЗ, г.Тбилиси
14.	Хроматографическое измерение гексаметилендиаммонийсебацината в воздухе рабочей зоны	НИИГТиПЗ, г.Тбилиси
15.	Фотометрическое измерение дибората в воздухе рабочей зоны	НИИ гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
16.	Газохроматографическое измерение диизопропилфосфита в воздухе рабочей зоны	ВНИИХСЭР, г.Москва
17.	Измерение диизопропилтиофосфата аммония методом тонкослойной хроматографии в воздухе рабочей зоны	Медицинский институт, г.Львов
18.	Фотометрическое измерение дихлоркарбоновых кислот в воздухе рабочей зоны	Областная СЭС, г.Караганда
19.	Газохроматографическое измерение 0,0-диметил-2,2-дихлорвинилфосфата (дихлорфос, ДДВФ) в воздухе рабочей зоны	НИИГТиПЗ, г.Москва
20.	Фотометрическое измерение диапентама-5 в воздухе рабочей зоны	Областная СЭС, г.Караганда

Продолжение

№ п/п	Методические указания	Организация, представившая методические указания
21.	Измерение дикетона методом тонкослойной хроматографии в воздухе рабочей зоны	ВНИТИ гербицидов и регуляторов роста растений, г.Уфа
22.	Газохроматографическое измерение β,β-диметилакриловой кислоты и этилового эфира β,β-диметилакриловой кислоты в воздухе рабочей зоны	Университет Дружбы народов им.П.Лумумбы, г.Москва
23.	Фотометрическое измерение диметпрамида в воздухе рабочей зоны	Филиал НИХФИ, Московская обл., Купавна
24.	Фотометрическое измерение диметилциклогексиламина в воздухе рабочей зоны	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г.Горький
25.	Газохроматографическое измерение α,α-дихлор-п-хлортолуола (п-хлорбензилиденхлорида) и α-хлор-α,α-дифтор-п-хлортолуола (п-хлорбензодифторхлорида) в воздухе рабочей зоны	НИИГТиПЗ, г.Москва
26.	Газохроматографическое измерение диэтиленгликоля и моноэтилового эфира триэтиленгликоля в воздухе рабочей зоны	Филиал ГосНИИхлорпроект, г.Киев
27.	Измерение изопропаноламинов методом тонкослойной хроматографии в воздухе рабочей зоны	НИИ гигиены труда и профзаболеваний г.Киев
28.	Фотометрическое измерение ингибитора ДПФ-I в воздухе рабочей зоны	Медицинский институт, г.Рига
29.	Фотометрическое измерение ингибитора ИНХ-Л-49 в воздухе рабочей зоны	НИИ гигиены труда и профзаболеваний г.Киев
30.	Измерение ингибитора ИНХ-5 методом тонкослойной хроматографии в воздухе рабочей зоны	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г.Киев

Продолжение

№№ п/п	Методические указания	Организация, представившая методические указания
31.	Полярографическое измерение оксида индия в воздухе рабочей зоны	Первый Московский медицинский институт им.Сеченова
32.	Измерение сульфата калия, калийной селитры магнезии, и хлорида калия методом пламенной фотометрии в воздухе	Первый Московский медицинский институт им.Сеченова
33.	Фотометрическое измерение карбоцидов II4 и 2I3 в воздухе рабочей зоны	Белорусский НИсанитарно-гигиенический институт, г.Минск
34.	Фотометрическое измерение лизина в воздухе рабочей зоны	ВНИИбиотехника, г.Москва
35.	Атомно-абсорбционное измерение люминофора ФЛД-605 в воздухе рабочей зоны	ВНИИлюминофоров, г.Ставрополь
36.	Фотометрическое измерение метилморфолиноксида в воздухе рабочей зоны	НИИГТиПЗ, г.Москва
37.	Фотометрическое измерение нафенида ацетата в воздухе рабочей зоны	Купавинский филиал. НИХФИ, Московская обл.
38.	Фотометрическое измерение п-нитробензоилхлорида в воздухе рабочей зоны	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г.Харьков
39.	Фотометрическое измерение I,2-пропиленгликоля в воздухе рабочей зоны	НИИГТиПЗ, г.Москва
40.	Газохроматографическое измерение изо-пропилового, н-бутилового и диацетонового спиртов в воздухе рабочей зоны	ВНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
41.	Газохроматографическое измерение изо-пропилового спирта и диизопропилового эфира в воздухе рабочей зоны	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г.Сумгаит

Продолжение

п/п	Методические указания	Организация, представившая методические указания
42.	Газохроматографическое измерение ПХМЦП (перхлор-4-метиленциклопентен) в воздухе рабочей зоны	ВНИТИ гербицидов и регуляторов роста растений, г.Уфа
43.	Измерение рицида П методом тонкослойной хроматографии в воздухе рабочей зоны	Медицинский институт, г.Львов
44.	Газохроматографическое измерение рицида П в воздухе рабочей зоны	ВНИИКСЗР, г.Москва
45.	Атомно-абсорбционное измерение неорганических соединений ртути в воздухе рабочей зоны	ЦОЛИУВ, г.Москва
46.	Атомно-абсорбционное измерение серебра и его соединений в воздухе рабочей зоны	ЦОЛИУВ, г.Москва
47.	Газохроматографическое измерение себациновой кислоты в воздухе рабочей зоны	НИИГТиПЗ, г.Тбилиси
48.	Фотометрическое измерение сульфалена в воздухе рабочей зоны	Филиал ВНИХФИ, Московская обл., Купавна
49.	Полярографическое измерение селенида цинка в воздухе рабочей зоны	Государственный Университет г. Москва.
50.	Атомно-абсорбционное измерение термолюминофора Т-440 в воздухе рабочей зоны	ВНИИлюминофоров, г.Ставрополь
51.	Газохроматографические измерения Δ^1-тетрагидрофталевого ангидрида, N-оксиметилтетрагидрофталимида в воздухе рабочей зоны	Университет Дружбы народов им.П.Лумумбы, г.Москва
52.	Титриметрическое измерение тиосульфата аммония в воздухе рабочей зоны	НИИ общей гигиены и профзаболеваний, г.Ереван

Продолжение

№ п/п	Методические указания	Организация, представившая методические указания
53.	Измерение трициклогексилолово-гидроксида методом тонкослойной хроматографии в воздухе рабочей зоны	Филиал ВНИИ гигиены и токсикологии пестицидов, полимеров и пластических масс, г.Ереван
54.	Измерение трициклогексилолово-хлорида и дициклогексилоловооксида методом тонкослойной хроматографии в воздухе рабочей зоны	" "
55.	Фотометрическое измерение тиурама ЭСР в воздухе рабочей зоны	НИИ резины, г.Москва
56.	Фотометрическое измерение формальдегида в воздухе рабочей зоны	ВЦНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
57.	Фотометрическое измерение формальдегида и метанола в воздухе рабочей зоны	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г.Донецк и НИИ гигиены им.Ф.Ф.Эрисмана, Московская область
58.	Газохроматографическое измерение продуктов термодеструкции фенолоформальдегидных смол (метанола, бензола, толуола, м-ксилола, фенола, о-и п-крезолов, 2,4- и 2,6-ксиленолов) в воздухе рабочей зоны	ВНИИОТ, г.Свердловск
59.	Газохроматографическое измерение хлористого метила и этила в воздухе рабочей зоны	Химзавод, г.Данков
60.	Спектрографическое измерение хлорплатината аммония и хлорпалладозамина в воздухе рабочей зоны	ЦОЛИУВ, Москва
61.	Газохроматографическое измерение циклогексанона и циклогексанола в воздухе рабочей зоны	НИИ гигиены им.Ф.Ф.Эрисмана Московская область

Продолжение

№ п/п	Методические указания	Организация, представившая методические указания
62.	Газохроматографическое измерение циклогексанона и метилизобутилкетона в воздухе рабочей зоны	НИИ гигиены им.Ф.Ф.Эрисмана, Московская обл.
63.	Фотометрическое измерение эритромицина в воздухе рабочей зоны	ВНИИ антибиотиков, г.Москва
64.	Фотометрическое измерение этилендиамина и полиэтиленполиаминов в воздухе рабочей зоны	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г.Донецк
65.	Газохроматографическое измерение эпихлоргидрина в воздухе рабочей зоны	ВЦНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
66.	Газохроматографическое измерение этилцеллозольва в воздухе рабочей зоны	НИИГТиПЗ, г.Москва
67.	Газохроматографическое измерение ЗФ-2 (3,3-дихлорбицикло /2,2,1/-гепт-5ен-2спиро/2(4-5-дихлор-4 циклопентен 1-3-дион/ в воздухе рабочей зоны	ВНИТИ гербицидов и регуляторов роста растений, г.Уфа
68.	Фотометрическое измерение β-аланина в воздухе рабочей зоны	НИИ ГТиПЗ, г.Москва

gost.e-ecolog.ru