Министерство здравоохранения СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны

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

Москва, 1982 г.

gost.e-ecolog.ru

Сборник методических указаний составлен на основе ранее опубликованных выпусков технических условий №№ 6-7. Включенные в сборник методики переработаны в соответствии с требованиями ГОСТ"а I2.1.005-76. 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 лабораторий 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. ЗАЙЧЕНКО

"12" ноября 198 г.

№ 2566

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ АКРИЛОВОЙ И МЕТАКРИЛОВОЙ КИСЛОТ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ*

Акриловая кислота	$CH_2=CH-COOH$	M=72,06
Метакриловая кислота	$CH_2=C/CH_3/COOH$	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^3 /при отборе 6 л/.

Диапазон измеряемых концентраций 2,5-15 мг/м^3.

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

Граница суммарной погрешности метода не превышает ± 7%.

---

* Методика апробирована при исследовании воздушной среды на производстве бетонополимерных плит на основе олигоэфиракрилатов.

Предельно допустимая концентрация акриловой кислоты в воздухе 5 мг/м^3, метакриловой кислоты 10 мг/м^3.

2. Реактивы, растворы и материалы.

Акриловая кислота, МРТУ 6-09-5888-69, ч. свежеперегнанные

Метакриловая кислота МРТУ 6-0917-68, ч. свежеперегнанные

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-DMCS / фракция 0,25-0,2 мм/, обработанный 3% ортофосфорной кислотой.

Жидкая фаза: Диэтиленгликольсукцинат / ДЭГС /, 10% от массы твердого носителя.

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

Спирт этиловый, ГОСТ 5963-67.

Хлороформ, ГОСТ 215-74, чда.

3. Приборы и посуда.

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором.

Колонка стеклянная длиной 2 м и внутренним диаметром 4 мм.

Шкаф сушильный.

Аспирационное устройство.

Микрошприц на 10 мкл.

Ротационный испаритель.

Поглотительные сосуды Рыхтера 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 Рыхтера или с пористой пластинкой, содержащие по 3 мл дистиллированной воды. Поглотительные приборы охлаждают водой со льдом.

Для определения 1/2 ПДК акриловой и метакриловой кислот достаточно отобрать 6 л воздуха.

Подготовка сорбента к условиям анализа.

Хроматон N-AW-DMCS / 6 г / заливают в круглодонной колбе раствором 85%-ной орто-фосфорной кислоты / 0,17 г / в ацетоне / 20 мл /, растворитель отгоняют под вакуумом на водяной бане с использованием ротационного испарителя, а носитель высушивают от влаги, содержащейся в орто-фосфорной кислоте, в сушильном шкафу при 150°С в течение одного часа.

После вышеописанной обработки носитель / 5 г / заливают в круглодонной колбе раствором диэтиленгликольсукцината / 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 поглотителей количественно переносят в отдельные пробирки с притертой пробкой и хроматографируют.

Аликвотную часть / 3 мкл / поглотительного раствора вводят через самоуплотняющуюся мембрану в испаритель хроматографа.

Условия хроматографирования.

Колонка стеклянная 2 м х 0,4 см

Жидкая фаза ДЭГС / 10% от массы твердого носителя /

Температура колонки 130°С

Температурный 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 искомых веществ.

Ввиду того, что обе вышеназванные непредельные 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. Делают 5 параллельных определений для каждой концентрации. График строят в координатах: площадь пика ($см^2$) - количество вещества (мкг).

Условия анализа и калибровки должны быть идентичными.

Концентрацию акриловой или метакриловой кислот в $мг/м^3$ воздуха / X / вычисляют по формуле:

$$X = \frac{\mathcal{Y} \cdot V_1}{V \cdot V_{до}}, \text{где}$$

$\mathcal{Y}$ - количество акриловой или метакриловой кислот, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;

V_1 - общий объем пробы, мл;

V - объем, взятый для анализа, мл;

$V_{до}$ - 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 ГОСТ"а I2.I.005-76 объем отобранного воздуха приводят к стандартным условиям - температуре 20°С и барометрическому давлению I0I,33 кПа /760 мм рт.ст./ по 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;

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

Для упрощения расчетов пользуются коэффициентами К /приложение 2/, вычисленными для температур в пределах от минус 30 до плюс 30°С и давлений от 97,33 до I0I,86 кПа /730-764 мм рт.ст./.

Приложение 2

Коэффициенты К для приведения объема воздуха к стандартным условиям.

°C	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	1,1158	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	1,0476	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	0,9830	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	0,9492	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

Приложение 9

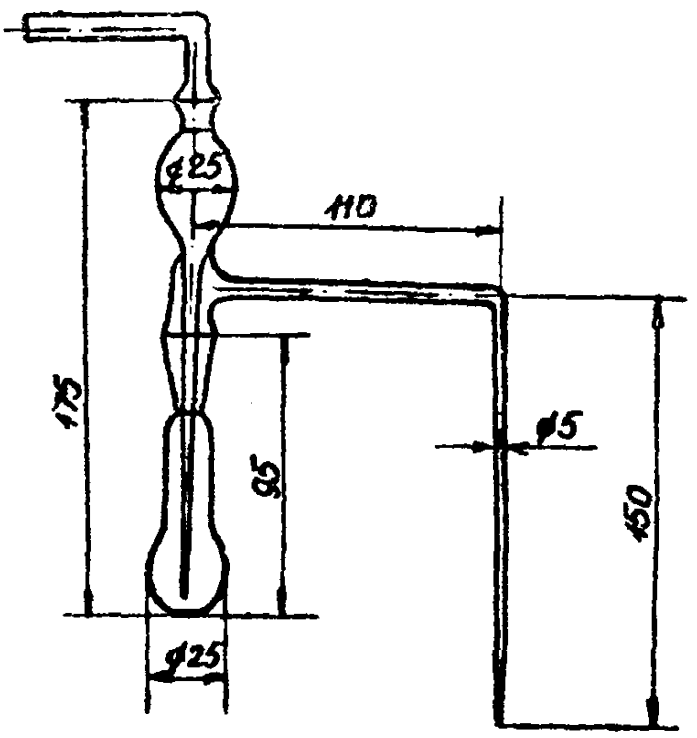

Рис. I Прибор для сожжения хлорорганических ядохимикатов

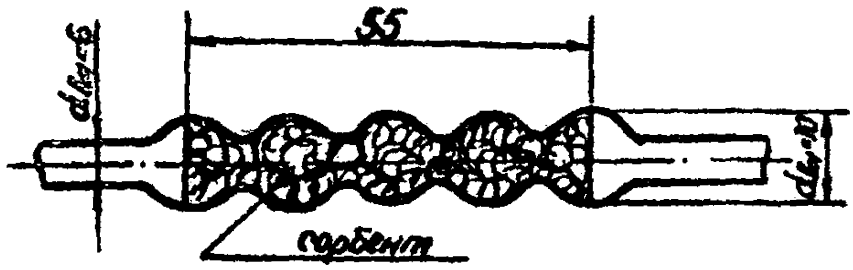

Рис. 2 Гофрированная стеклянная трубка

Рис. 3 Очистительная система. 1-склянка Тищенко,
2- поглотитель с натронной известью.

Приложение 4.

Список институтов, редставивших новые методики в данный сборник

Наименование методики	Наименование института
1	2
Фотометрическое определение акрилонитрила	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение акриловой и метакриловой кислот	" - "
Фотометрическое определение аллилового спирта	" - "
Фотометрическое определение хлористого метила и хлористого этила	" - "
Фотометрическое определение 3,4-дихлорпропионанилида	" - "
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-метилнафталинов	Донецкий институт гигиены труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение аценафтена	" - "
Фотометрическое определение коллидина	" - "
Газохроматографическое определение метилнафталина и нафталина	Ангарский институт гигиены труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение хлорной ртути /сулемы/	" - "

1	2
Определение хлорной ртути методом атомно-абсорбционного анализа	Ангарский институт гигиены труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение нафталина	Белорусский санитарно-гигиенический институт
Определение ртутьорганических ядохимикатов	Киевский институт гигиены труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение эфирсульфоната	" - "
Хроматографическое определение этилмеркурхлорида	ВНИИГИНТОКС
Фотометрическое определение этилмеркаптана	Ленинградский институт гигиены труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение дихлорэтана	Новосибирский санитарный институт
Фотометрическое определение окиси мезитила	" - "

С О Д Е Р Ж А Н И Е

стр.

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций аценафтена в воздухе 3

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций ацетальдегида в воздухе 7

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций акрилонитрила в воздухе 11

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций акриловой и метакриловой кислот в воздухе . 15

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-триметилбензола в воздухе . . 33

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций п-анизидина в воздухе 36

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций бериллия в воздухе 40

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций винилтолуола 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 концентраций динитрила адипиновой кислоты в воздухе 66

Методические указания по фотометрическому измерению концентрации 3,4-дихлорпропионанилид в воздухе 71

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 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

gost.e-ecolog.ru