МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

(переработанные и дополненные технические условия, выпуск № 10)

Москва – 1988 г.

gost.e-ecolog.ru

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

Заместитель Главного
государственного
санитарного врача СССР

А.И.ЗАИЧЕНКО

"30" марта 1988г.

№ 4599-88

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ ЦИКЛОГЕКСАНА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

C_6H_{12} М.м. 84,16

Циклогексан (гексаметилен) - бесцветная жидкость, плотность 0,778 г/см^3 (20 ^oC), Т.кип. 80,74 ^oC, смешивается с абсолютным спиртом, эфиром, ацетоном, бензолом, метиловым спиртом.

В воздухе находится в виде паров.

Обладает раздражающим действием, вызывает изменения в центральной нервной системе, поражает печень и почки.

ПДК циклогексана в воздухе 80 мг/м^3.

Характеристика метода

Метод основан на окислении циклогексана, взаимодействии продуктов окисления с п-диметиламинобензальдегидом и последующем фотометрическом измерении окрашенного продукта реакции при 440-460 нм.

Отбор проб проводится с концентрированием в поглотительный раствор.

Нижний предел измерения циклогексана в анализируемом объеме раствора 5 мкг.

Нижний предел измерения циклогексана в воздухе 10 мг/м^3 (при отборе 1,5 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций от 10 до 200 мг/м^3.

Мешают измерению циклогексанол, циклогексанон, толуол, изопрен, изоамилен.

Суммарная погрешность измерения не превышает ± 25 %.

Время выполнения анализа, включая отбор проб, 40 мин.

Приборы, аппаратура и посуда

Фотоэлектроколориметр.

Аспирационное устройство.

Водяная баня.

Поглотительные сосуды Зайцева.

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

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

Пробирки, ГОСТ 10515-75, вместимостью 10 мл.

Реактивы и растворы

Циклогексан, ч, свежеперегнанный.

Серная кислота, ГОСТ 4204-77, хч, концентрированная и 80 % раствор.

Бихромат калия, ГОСТ 4220-75, хч, 0,05 % раствор в ледяной уксусной кислоте. Навеску бихромата калия растирают до тонкого порошка и растворяют в ледяной уксусной кислоте с подогреванием на водяной бане при температуре 60-70 °С.

Уксусная кислота, ГОСТ 61-75, ледяная, не содержащая окисляющихся примесей. Для проверки пригодности кислоты в пробирку помещают небольшое количество бихромата калия и добавляют 5-10 мл ледяной уксусной кислоты. Пробирку помещают в кипящую водяную баню на 5 мин. Уксусная кислота должна окраситься в оранжевый цвет. Если она становится зеленой, то не пригодна для реакции.

Поглотительный раствор: ледяную уксусную кислоту и серную кис-

лоту смешивают в объемном отношении 100:2.

п-Диметиламинобензальдегид, ТУ 6-09-3272-77, хч. 50 г вещества растворяют в 10 мл 80 % раствора серной кислоты.

Стандартный раствор циклогексана № 1: в мерную колбу вместимостью 50 мл вносят 10-15 мл поглотительного раствора и взвешивают. Добавляют 0,05 мл перегнанного циклогексана, взвешивают и доводят объем до метки поглотительным раствором. По результатам двух взвешиваний рассчитывают концентрацию вещества в мкг/мл.

Стандартный раствор № 2 с концентрацией 100 мкг/мл циклогексана готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № 1 поглотительным раствором.

Стандартный раствор № 3 с концентрацией 10 мкг/мл циклогексана готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № 2 поглотительным раствором. Растворы устойчивы в течение суток.

Отбор пробы воздуха

Воздух с объемным расходом 0,1 л/мин аспирируют через два последовательно соединенных поглотительных сосуда Зайцева, содержащих по 3 мл поглотительного раствора. Для измерения 1/2 ПДК достаточно отобрать 0,4 л воздуха.

Подготовка к измерению

Градуировочные растворы готовят согласно таблице27.

Во все пробирки шкалы приливают по 3 мл концентрированной серной кислоты, по 1 мл раствора бихромата калия, тщательно перемешивают и помещают пробирки в кипящую водяную баню на 5 мин. Затем в них сразу же добавляют по 0,5 мл раствора п-диметиламинобензальдегида, перемешивают и вновь помещают в кипящую водяную баню на 10 мин. После охлаждения измеряют оптическую плотность подготовленных градуировочных растворов при длине волны 440-460нм

Таблица 27

Шкала градуировочных растворов для определения циклогексана

Номер стандарта	Стандартный раствор №3, мл	Стандартный раствор №2, мл	Поглотительный раствор, мл	Содержание циклогексана, мкг
I	0	-	I,0	0
2	0,5	-	0,5	5
3	-	0,I	0,9	I0
4	-	0,2	0,8	20
5	-	0,4	0,6	40
6	-	0,6	0,4	60
7	-	0,8	0,2	80
8	-	I,0	0	I00

в кюветах с толщиной поглощающего слоя 5 мм по отношению к раствору сравнения, не содержащему определяемого вещества (раствор № I по табл.27). Градуировочные растворы устойчивы в течение часа.

Строят градуировочный график: на ось ординат наносят значения оптических плотностей градуировочных растворов, на ось абсцисс - соответствующие им величины содержания циклогексана в градуировочном растворе (в мкг). Проверка градуировочного графика проводится I раз в 3 месяца или в случае использования новой партии реактивов.

Проведение измерения

По I мл раствора пробы из каждого поглотительного сосуда переносят в отдельные колориметрические пробирки. Пробы обрабатывают аналогично градуировочным растворам. Оптическую плотность анализируемых растворов измеряют по сравнению с контролем, который готовят одновременно и аналогично пробам.

Количественное определение циклогексана в мкг проводят по

предварительно построенному градуировочному графику.

Расчет концентрации

Концентрацию циклогексана "С" в воздухе (в мг/м^3) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{а \cdot в}{б \cdot V}$$, где

а - содержание циклогексана в анализируемом объеме раствора пробы, найденное по градуировочному графику, мкг;

в - общий объем раствора пробы, мл;

б - объем пробы, взятый для анализа, мл;

V - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л (см. приложение I).

Приложение I

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

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

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 объема воздуха к температуре 20 °С и давлению 760 мм рт.ст. надо умножить V_t на соответствующий коэффициент.

Коэффициент К для приведения объема воздуха к стандартным условиям

°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	1,1158	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	1,0986	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	0,9999	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	0,9880	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	0,9391	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
I	2	3
I.	Газохроматографическое измерение концентрации бутилового эфира 2,4-дихлорфеноксиуксусной кислоты	Белорусский НИ санитарно-гигиенический институт
2.	Газохроматографическое измерение концентраций винилацетата, этилацетата, пропилацетата, бутилацетата и амилацетата	ЦНИЛ газобезопасности, г.Куйбышев
3.	Газохроматографическое измерение концентраций гексилового и октилового спиртов	Новосибирский НИИ гигиены МЗ 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-I,3, изопрена, метанола, толуола	ЦНИЛ газобезопасности, г.Куйбышев
8.	Фотометрическое измерение концентрации 4,4-диметилдиоксана-I,3	Московский НИИ гигиены им. Ф.Ф.Эрисмана
9.	Фотометрическое измерение концентрации диоксида хлора	Институт Проектпромвентиляции, г.Москва
IO.	Фотометрическое измерение концентраций едких щелочей и карбоната натрия	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г.Донецк
II.	Газохроматографическое измерение концентрации изооктилового спирта	ВНИИ нефтехимических процессов, г.Ленинград
I2.	Газохроматографическое измерение концентраций изопропилового спирта, пропана, гексана	ЦНИЛ газобезопасности, г.Куйбышев

Продолжение приложения 3

I	2	3
I3.	Полярографическое измерение концентраций меди, никеля и кобальта	Ленинградский Всесоюзный НИИ охраны труда
I4.	Газохроматографическое измерение концентрации мезитилена	Ангарский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
I5.	Фотометрическое измерение концентрации мезитилена	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г.Донецк
I6.	Измерение концентрации метилбензилкетона методом тонкослойной хроматографии	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г.Тбилиси
I7.	Измерение концентрации нитрита дициклогексиламина (ингибитора НДА) методом тонкослойной хроматографии	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г.Киев
I8.	Фотометрическое измерение концентраций органических перекисей (трет-бутилперацетата, трет-бутилпербензоата, трет-бутилгидроперекиси, гидроперекиси изопропилбензола, гидроперекиси м-диизопропилбензола)	НИИ гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
I9.	Фотометрическое измерение концетраций 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
2I.	Фотометрическое измерение концентраций серной кислоты и диоксида серы	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г.Донецк Институт Проектпромвентиляции, г.Москва
22.	Фотометрическое измерение концентрации стеарата цинка	Филиал ВНИИ ХИМПРОЕКТ, г.Щекино Тульской обл.
23.	Газохроматографическое измерение концентраций трикрезола (смесь о-, м-, п-крезолов) и фенола	ВНИИ кабельной промышленности, г.Юрмала
24.	Газохроматографическое измерение концентраций уксусной кислоты и метанола	ЦНИЛ газобезопасности, г.Куйбышев
25.	Фотометрическое измерение концентрации уксусной кислоты	ВНИИОТ ВЦСПС, г.Ленинград

Продолжение приложения 3

I	2	3
26.	Газохроматографическое измерение концентраций углеводородов	ПО Оргсинтез, г. Казань
27.	Газохроматографическое измерение концентрации фенантрена	Белорусский НИ санитарно-гигиенический институт
28.	Газохроматографическое измерение концентрации формальдегида	ВНИИОТ, г. Свердловск
29.	Фотометрическое измерение концентрации фурфурилового спирта	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г. Донецк
30.	Газохроматографическое измерение концентрации фурфурилового спирта	- " -
31.	Газохроматографическое измерение концентраций фурфурола, метилфурфурола, фурфурилового, метилфурфурилового и тетрагидрофурфурилового спиртов	НПО ГИДРОЛИЗПРОМ, г. Ленинград
32.	Фотометрическое измерение концентрации циклогексана	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г. Донецк
33.	Фотометрическое измерение концентрации циклогексиламина	- " -
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 бромида и иодида таллия	ВНИИОТ, г.Свердловск

СОДЕРЖАНИЕ

Стр.

I. 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 I3

4. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций гексилового и октилового спиртов в воздухе рабочей зоны I7

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-I,3, изопрена, метанола, толуола в воздухе рабочей зоны .. 3I

9. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации 4,4-диметилдиоксана-I,3 в воздухе рабочей зоны 40

Стр.

I0. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации диоксида хлора в воздухе рабочей зоны 44

II. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций едких щелочей и карбоната натрия в воздухе рабочей зоны 49

I2. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации изобутилена в воздухе рабочей зоны 56

I3. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации изооктилового спирта в воздухе рабочей зоны 6I

I4. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций изопропилового спирта, пропана, гексана в воздухе рабочей зоны 65

I5. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации карбоната циклогексиламина в воздухе рабочей зоны 7C

I6. Методические указания по полярографическому измерению концентраций меди, никеля и кобальта в воздухе рабочей зоны 74

I7. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации мезитилена в воздухе рабочей зоны 8I

I8. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации мезитилена в воздухе рабочей зоны 85

I9. Методические указания по измерению концентрации метилбензилкетона в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии 89

Стр.

20. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации нитрита дициклогексиламина (ингибитора НДА) в воздухе рабочей зоны 93

21. Методические указания по измерению концентрации нитрита дициклогексиламина (ингибитора НДА) в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии . 98

22. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций органических перекисей (трет-бутилперацетата, 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-МХП) 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 I39

29. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации уксусной кислоты в воздухе рабочей зоны I44

30. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций углеводородов в воздухе рабочей зоны I48

31. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации фенантрена в воздухе рабочей зоны I54

32. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации формальдегида в воздухе рабочей зоны I59

33. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации фурфурилового спирта в воздухе рабочей зоны I65

34. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций фурфурилового спирта и фенола в воздухе рабочей зоны I69

35. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций фурфурола, метилфурфурола, фурфурилового, метилфурфурилового и тетрагидрофурфурилового спиртов в воздухе рабочей зоны I75

36. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации циклогексана в воздухе рабочей зоны I8I

37. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации циклогексиламина в воздухе рабочей зоны I85

Стр.

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 этилцеллозольва в воздухе рабочей зоны 206

42. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций бромида и иодида таллия в воздухе рабочей зоны..... 213

Приложение I..... 219

Приложение 2..... 220

Приложение 3..... 221

gost.e-ecolog.ru

.. ..220 от 20.04.82г п. л. 14,25 Зак. № 1563 Тир. 1000

Типография Министерства здравоохранения СССР