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.ЗАЙЧЕНКО
30 марта 1988 г.
№ 4576-88

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ ИЗООКТИЛОВОГО СПИРТА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

$CH_3-(CH_2)_3-CH(C_2H_5)-CH_2OH$ М.м. 130,2

Изооктиловый спирт (2-этилгексанол) - бесцветная жидкость, плотность 0,834 г/см^3, Т.кип. 184,2 °С, давление насыщенных паров 0,55 мм рт.ст. (20 °С), растворим в этиловом спирте, плохо растворим в воде.

В воздухе находится в виде паров.

Вызывает дерматиты и экземы, поражает слизистые оболочки верхних дыхательных путей.

ПДК изооктилового спирта в воздухе 50 мг/м^3.

Характеристика метода

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

Отбор проб проводится с концентрированием в раствор этилового спирта.

Нижний предел измерения изооктилового спирта в хроматографируемом объеме раствора 0,08 мкг.

Нижний предел измерения изооктилового спирта в воздухе 12мг/м^3 (при отборе 10 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций изооктилового спирта в воздухе от 12 до 500 мг/м^3.

Измерению не мешают масляный альдегид, бутиловый и изобутиловый спирты, толуол, 2-этилгексеналь, 2-этилгексаналь.

Суммарная погрешность измерения не превышает ± 10 %.

Время выполнения измерения, включая отбор проб, 20 мин.

Приборы, аппаратура и посуда

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором.

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

Аспирационное устройство.

Поглотительные сосуды с пористой пластинкой № I.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, вместимостью 25, 100 мл.

Пипетки, ГОСТ 20292-74, вместимостью I, 5 и 10 мл.

Микрошприц МШ-10М, ГОСТ 8043-75.

Секундомер, ГОСТ 5072-79.

Линейка измерительная, ГОСТ 427-75.

Реактивы, растворы и материалы

Изооктиловый спирт, ГОСТ 26624-85, хч.

Этиловый спирт технический, ГОСТ 18300-72, ректификат и 25 % раствор.

Хроматон N-AW, фракция 0,16-0,2 мм, с 15 % Реоплекса400 - насадка хроматографической колонки.

Газообразные азот, ГОСТ 9293-74, водород, ГОСТ 3022-80 и воздух, ГОСТ 11882-73, в баллонах с редукторами.

Основной стандартный раствор изооктилового спирта с концентрацией 10 мг/мл готовят растворением 0,25 г вещества в этиловом спирте в мерной колбе на 25 мл. Раствор устойчив в течение 2-х недель.

Отбор пробы воздуха

Воздух с объемным расходом 0,5 л/мин аспирируют через два последовательно соединенных поглотительных сосуда с 3 мл 25 % раствора этилового спирта в каждом. При отборе поглотительные сосуды охлаждают льдом. Для измерения I/2 ПДК достаточно отобрать 5 л воздуха.

Срок хранения отобранных проб не более трех суток.

Подготовка к измерению

Приготовление хроматографической колонки. Насадкой заполняют сухие чистые хроматографические колонки. Заполненные колонки помещают в термостат хроматографа и, не присоединяя к детектору, кондиционируют в токе азота (30-40 мл/мин) в течение I5 часов, по 2 часа при температуре 60, 90, I20, I40 и I60 °С и 5 часов при I80 °С.

Количественный анализ проводят методом абсолютной калибровки с использованием градуировочных растворов. Последние готовят с концентрацией от 40 до I600 мкг/мл путем разбавления основного стандартного раствора 25 %-ным этиловым спиртом. Растворы устойчивы в течение 2-х недель.

Градуировочные растворы в количестве 2 мкл вводят в хроматограф микрошприцем.

Условия хроматографирования градуировочных растворов и анализируемых проб:

Температура термостата колонки	I30 °С
Температура испарителя	200 °С
Скорость потока газа-носителя	45 мл/мин
Скорость потока воздуха	300мл/мин
Скорость потока водорода	30 мл/мин
Скорость движения диаграммной ленты	240 мм/ч

Масштаб чувствительности	$2 \cdot 10^{-10}$
Время удерживания изооктилового спирта	9 мин

Строят градуировочный график, выражающий зависимость высоты пика (мм) от количества изооктилового спирта в хроматографируемом объеме (мкг). Для построения градуировочного графика проводят не менее 5 параллельных определений для каждой концентрации. Проверка градуировочного графика проводится при изменении условий анализа, но не реже I раза в 3 месяца.

Проведение измерения

Содержимое поглотительных сосудов переносят в отдельные пробирки и берут для хроматографирования по 2 мкл каждого раствора. Записывают хроматограмму, измеряют высоту пика и по градуировочному графику находят количество изооктилового спирта в хроматографируемом объеме (мкг).

Расчет концентрации

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

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

а - количество изооктилового спирта, найденное в анализируемом объеме поглотительного раствора по градуировочному графику, мкг;

в - общий объем раствора пробы, мл;

б - объем раствора 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