Информационно-издательский центр
Госкомсанэпиднадзора Российской Федерации

Методические указания по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Выпуск 26

Москва • 1992

gost.e-ecolog.ru

Информационно-издательский центр
Госкомсанэпиднадзора Российской Федерации

Методические указания по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Выпуск 26

Москва • 1992

Методические указания по измерению концентрациий вредных веществ в воздухе рабочей зоны (выпуск 26) предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и санитарных лабораторий промышленных предприятий при осуществлении контроля за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны, а также НИИ Министерства здравоохранения Российской Федерации и других заинтересованных министерств и ведомств.
Включенные в данный сборник Методические указания подготовлены в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005—88 "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", одобрены Проблемной комиссией "Научные основы гигиены труда и профпатологии", утверждены МЗ СССР 28.9.1989 г.
Методические указания разработаны и утверждены с целью обеспечения контроля соответствия фактических концентраций вредных веществ их предельно-допустимым концентрациям /ПДК/ - санитарно-гигиеническим нормативам и являются обязательными при осуществлении санитарного контроля.
Методические указания являются действующими в соответствии с постановлением Госкомитета РСФСР Санэпиднадзора от 6.02.92 № 1 "О порядке действия на территории Российской Федерации нормативных актов бывшего Союза ССР в области санэпидблагополучия населения".

Сборник подготовили: Муравьева С.И., Бабина М.Д., Дьякова Г.А.

Ответственные редакторы: Антонов Н.М., Мартынова Н.В., Подольский В.М.

ISBN № 87372-00-9

Содержание

Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций аллапинина в воздухе рабочей зоны (НИИ химии АН Узбекистана, г. Ташкент) 8

Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций ацетона в воздухе рабочей зоны (Санкт-Петербургский ВНИИОТ) 11

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций бензина-растворителя (БР-1, БР-2), топливного (авиационного, сланцевого) в воздухе рабочей зоны (НИИ ГТиПЗ Российской АМН, г. Москва) 15

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций бензина, синтезированного в воздухе рабочей зоны (НИИ ГТиПЗ Российской АМН, г. Москва) 20

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 3-бромбензальдегида (3-ББА), 3-феноксибензальдегида (3-ФБА) и 3-феноксибензилового спирта (3-ФБС) в воздухе рабочей зоны (Университет дружбы народов им. П. Лумумбы, г. Москва) 27

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций диацетамид хлорида цинка в воздухе рабочей зоны (НИИ химии АН Узбекистана, г. Ташкент) 32

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 1, 1-дихлор-3, 3-диметилбутанона-2 в воздухе рабочей зоны (НИИ химии АН Узбекистана, г. Ташкент) 36

Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации N, N-диоксидиэтил-м-хлоранилина в воздухе рабочей зоны (Харьковский НИИ ГТиПЗ) 40

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций моноэтиламина в

воздухе рабочей зоны (Санкт-Петербургский НИИ ГТиПЗ) 44

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций железного комплекса диэтилентриаминпентауксусной кислоты, дипротонированного в воздухе рабочей зоны (Ростовский-на-Дону мединститут) 48

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций калия фосфорнокислого однозамещенного, аммония фосфорнокислого однозамещенного, аммония фосфорнокислого двузамещенного, аммония фосфорнокислого трехзамещенного, магния фосфорнокислого однозамещенного в воздухе рабочей зоны (НИИ химии АН Узбекистана, г. Ташкент) 52

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций линалоола в воздухе рабочей зоны (НИИ ГТиПЗ Российской АМН, г. Москва, ВНИИ синтетических душистых веществ, г. Москва) 57

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций оксипропилового эфира диизогексилдитиофосфорной кислоты в воздухе рабочей зоны (НИИ ГТиПЗ Российской АМН, г. Москва) 62

Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций оксиэтилидендифосфоновой (ОЭДФ) кислоты и 2-окси-1,3-пропандиамин-N, N, N′, N′,-тетра(метиленфосфоновой) кислот (ДПФ-1) в воздухе рабочей зоны (ИРЭА, г. Москва) 66

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций перфторгексана и перфтороктана в воздухе рабочей зоны (НИИ ГТиПЗ Российской АМН, г. Москва, Пермский мединститут) 71

Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций пиперазина в воздухе рабочей зоны (Ростовский-на-Дону мединститут) 75

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций реглона (диквата) в воздухе рабочей зоны (ВНИИГИНТОКС, г. Киев) 80

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 1,1,1-трихлор-4-метил-4-пентен-2-ола (ТХМ-4П) и 1,1,1-трихлор-4-метил-3-пентен-2-ола (ТХМ-3П) в воздухе рабочей зоны (Университет дружбы народов им. П. Лумумбы, г. Москва) 83

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций тионила хлористого в воздухе рабочей зоны (Нижегородский НИИ ГТиПЗ) 87

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций тетрадиметилсульфоксид-гексаметилентетрамина дихлорида кобальта в воздухе рабочей зоны (НИИ химии АН Узбекистана, г. Ташкент) 91

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 1-(1,2,4-триазолил-1)-1-(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанона-2 в воздухе рабочей зоны (НИИ химии АН Узбекистана, г. Ташкент) 95

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций фенилового эфира 1-окси-2-нафтойной кислоты в воздухе рабочей зоны (НИИ техфотопроект, г. Казань) 99

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 1-фенил-1-ксилилэтана в воздухе рабочей зоны (Азербайджанский мединститут, г. Баку) 103

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций форполимера диаллилфталата в воздухе рабочей зоны (НИИ санитарии, гигиены и профзаболеваний, г. Ташкент) 107

Методические указания по пламеннофотометрическому измерению концентраций формиата натрия в воздухе рабочей зоны (НИИ химии АН Узбекистана, г. Ташкент) 111

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций формиата аммония в воздухе рабочей зоны (НИИ химии АН Узбекистана, г. Ташкент) 115
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций фурациллина в воздухе рабочей зоны (Рижский мединститут) 119
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций хлорида кальция и хлорида натрия в воздухе рабочей зоны (Донецкий НИИ ГТиПЗ) 123
Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций α-хлор-α, α-дифтортолуола в воздухе рабочей зоны (НИИ ГТиПЗ Российской АМН, г. Москва) 127
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций хлората калия в воздухе рабочей зоны (НИИ химии АН Узбекистана, г. Ташкент) 131
Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций четырехбромистого углерода в воздухе рабочей зоны (Пермский мединститут) 135
Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций этиленциангидрина в воздухе рабочей зоны (Нижегородский НИИ ГТиПЗ) 138
Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций ацетона в воздухе рабочей зоны с применением для отбора пассивных дозиметров 142
Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций бензина, этилацетата в воздухе рабочей зоны (Центральная Научно-исследовательская лаборатория по газобезопасности, г. Куйбышев) 146
Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций нонилфенола в воздухе рабочей зоны (Центральная Научно-исследовательская лаборатория по газобезопасности, г. Куйбышев) 150

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций окиси пропилена, толуола, ацетальдегида, пропионового альдегида, этилбензола и стирола в воздухе рабочей зоны (Центральная Научно-исследовательская лаборатория по газобезопасности, г. Куйбышев) 154

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций окиси этилена, окиси пропилена, хлорметила в воздухе рабочей зоны (Центральная Научно-исследовательская лаборатория по газобезопасности, г. Куйбышев) 159

Методические указания по флуориметрическому измерению концентраций ацетилсалициловой (2-ацетилоксибензойной) кислоты (аспирина) в воздухе рабочей зоны (Курский мединститут) . . .163

Методические указания по флуориметрическому измерению концентраций нафтамона в воздухе рабочей зоны (Курский мединститут) 167

Методические указания по флуориметрическому измерению концентраций окситетрациклина в воздухе рабочей зоны (Курский мединститут) . . .171

Методические указания по флуориметрическому измерению концентраций 4-хлор-N (2-фурилметил)-5-сульфамоилантраниловой кислоты (фурасемида) в воздухе рабочей зоны (Курский мединститут) 175

Методические указания по флуориметрическому измерению концентраций N-β-феноксиэтил-N-N-диметил-N-2-окси-3-ацетил-5-хлорбензил-аммония 3-окси-2-нафтоата (дифезила) в воздухе рабочей зоны (Курский мединститут) 179

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций гидроперекиси этилбензола в воздухе рабочей зоны (Центральная Научно-исследовательская лаборатория по газобезопасности, г. Куйбышев) . .183

Приложение 1 186

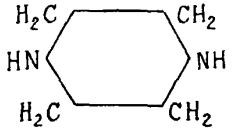
Приложение 2 187

Реклама 189

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Главного
государственного санитарного
врача СССР
_____В.И. Чибураев
28 сентября 1989 г.
№ 5077-89

Методические указания

по спектрофотометрическому измерению концентраций пиперазина в воздухе рабочей зоны



Гексагидро-1,4-диазин
(диэтилендиамин, пиперазин) М. м. 86,14

Пиперазин - бесцветное гигроскопическое кристаллическое вещество с характерным аминным запахом, растворяется в воде (15 г на 100 г воды), спирте, не растворяется в эфире. Т. пл. 104°С, Т. кип. 145-146°С. Летучесть при 20°С - 850 мг/м^3.

В воздухе находится в виде аэрозоля и паров.

Обладает раздражающим действием на слизистую оболочку глаз. При пероральном поступлении в организм мало ядовит.

ОБУВ - 4 мг/м^3.

Характеристика метода

Метод основан на измерении оптической плотности при 390 нм окрашенного в желтый цвет продукта реакции пиперазина с 2,4-динитрохлорбензолом.

Отбор проб проводится на фильтр АФА-ВП-10 и твердый сорбент.

Нижний предел измерения содержания пиперазина 2 мкг в фотометрируемом объеме раствора.

Нижний предел измерения вещества в воздухе 0,25 мг/м^3 (при отборе 8 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций пиперазина от 0,25 до 20 мг/м^3.

Измерению не мешают триэтилендиамин, окись этилена, этиленгликоль. Аммиак мешает при содержании более 5 мг в пробе.

Суммарная погрешность измерения не превышает ±15%.

Время выполнения измерения, включая отбор пробы, 1 ч.

Приборы, аппаратура, посуда

Спектрофотометр;

аспирационное устройство;

электропечь СНОЛ, ГОСТ 13474-79;

колбы мерные вместимостью 250 мл, ГОСТ 1770-74;

пипетки вместимостью 1, 2, 5 и 10 мл;

трубки концентрационные стеклянные длиной 110 мм, внутренним диаметром 6-8 мм;

насос водоструйный;

воронка со стеклянной пористой пластинкой;

пробирки с пришлифованными пробками, ГОСТ 19908-74;

цилиндры вместимостью 10 мл, ГОСТ 1770-74;

стаканы химические вместимостью 50 мл, ГОСТ 25336-82.

Реактивы, растворы и материалы

Пиперазин, ч, ТУ 6-09-10-473-75;

кислота соляная, хч, концентрированная, 10%-ный и 0,01 н растворы, ГОСТ 3118-77 ;

натрий углекислый безводный (ГОСТ 83-63) 8%-ный раствор, 2,4-динитрохлорбензол (МРТУ 6-09-5609-68), 5%-ный спиртовой раствор, применяют свежеприготовленным;

хлороформ, хч, ТУ 6-09-4263;

спирт этиловый ректификованный технический, ГОСТ 18300-72;

силикагель гранулированный крупнопористый, ГОСТ 3956-76 (фракция 0,25-0,50 мм);

фильтры АФА-ВП-10;

стандартный раствор пиперазина № 1 с концентрацией 200 мкг/мл готовят растворением 50 мг вещества в мерной колбе вместимостью 250 мл в 0,01 н растворе соляной кислоты. Раствор устойчив в течение 10 дней;

стандартный раствор пиперазина № 2 с концентрацией 20 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № 1 0,01 н раствором соляной кислоты. Раствор готовят в день анализа.

Отбор пробы воздуха

Воздух с объемным расходом 2 л/мин аспирируют через фильтр АФА-ВП-10, помещенный в фильтродержателе, и концентрационную трубку, заполненную 2-2,5 мл силикагеля.

Для определения 0,5 ОБУВ достаточно отобрать 1 л воздуха.

После отбора концентрационную трубку закрывают заглушками. Фильтр помещают в бюкс. Срок хранения проб - не более 12 ч.

Подготовка к измерению

Подготовка сорбента для концентрационной трубки: силикагель обрабатывают концентрированной соляной кислотой, нагретой до 55-60°С, далее - 10%-ным раствором соляной кислоты до получения бесцветного раствора. Затем силикагель отмывают от кислоты водой до нейтральной реакции, подсушивают до воздушно-сухого состояния и прокаливают в электропечи при 500° в течение 4 ч. Хранят силикагель в банке с притертой пробкой в эксикаторе над прокаленным хлористым кальцием. Срок хранения не ограничен. Градуировочные растворы готовят согласно таблице.

Шкала градуировочных растворов

Номер стандарта	Стандартный раствор № 2, мл	Соляная кислота 0,01 н раствор, мл	Содержание пиперазина, мкг
1	0	4,00	0
2	0,10	3,90	2
3	0,20	3,80	4
4	0,30	3,70	6
5	0,40	3,60	8
6	0,50	3,50	10
7	0,75	3,25	15

Для этого ряд фильтров АФА-ВП-10 помещают в химические стаканы и поверхность каждого смачивают 0,7 мл этанола. Затем на фильтры помещают стандартный раствор пиперазина с содержанием 20 мкг/мл в объеме, указанном в графе 2 таблицы, добавляют соответствующий объем 0,01 н раствора соляной кислоты (графа 3) и оставляют на 15 минут. Затем переносят фильтр с раствором в воронку со стеклянной пористой пластинкой и отсасывают жидкость под вакуумом. Отбирают в пробирку с

пришлифованной пробкой точно 4 мл раствора, добавляют по 0,5 мл 5%-ного спиртового раствора 2,4-динитрохлорбензола и 0,4 мл 8%-ного раствора углекислого натрия, перемешивают и ставят в кипящую водяную баню на 5 мин. После охлаждения к каждому раствору приливают по 1 мл 10%-ного раствора соляной кислоты, 4 мл хлороформа и тщательно встряхивают. Оптическую плотность хлороформного раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 390 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм относительно контрольного раствора (стандартный раствор № 1 по таблице). По найденным значениям оптических плотностей строят градуировочный график.

При определении паров пиперазина градуировочные растворы готовят, нанося указанные в графе 2 таблицы объемы стандартного раствора пиперазина на поверхность силикагеля в концентрационных трубках. Далее силикагель смачивают, добавляя порциями 1 мл этанола, а затем пропускают порциями по 0,2-0,3 мл указанный в графе 3 таблицы объем 0,01 н раствора соляной кислоты. Отбирают точно 4 мл элюата и обрабатывают аналогично описанному выше.

Проведение измерения

Фильтр с отобранной пробой помещают в химический стакан и всю поверхность фильтра смачивают 0,7 мл этанола. Затем приливают 4 мл 0,01 н раствора соляной кислоты и оставляют на 15 минут. Фильтр с раствором переносят в воронку со стеклянной пористой пластинкой и отсасывают жидкость под вакуумом. Отбирают в пробирку с пришлифованной пробкой точно 4 мл раствора и далее обрабатывают его, как описано для градуировочных растворов. Оптическую плотность хлороформного раствора измеряют при 390 нм относительно контрольного раствора, который готовят обработкой чистого фильтра АФА аналогично фильтру с пробой. Содержание пиперазина в анализируемой пробе находят по градуировочному графику для аэрозоля.

Из концентрационной трубки снимают заглушки и смачивают силикагель добавляя порциями 1 мл этанола. Затем пропускают порциями по 0,2-0,3 мл 4 мл 0,01 н раствора соляной кислоты. Отбирают точно 4 мл элюата и обрабатывают аналогично выше описанному. Содержание пиперазина в анализируемой пробе находят по градуировочному графику для паров.

Расчет концентрации

Концентрацию пиперазина в воздухе (мг/м^3) вычисляют по формуле

$$C = \frac{a \cdot в}{б \cdot V} + \frac{a' \cdot в'}{б' \cdot V},$$

где a - содержание пиперазина в анализируемом объеме пробы, найденное по градуировочному графику для аэрозоля, мкг; a' - содержание пиперазина в анализируемом объеме раствора пробы, найденное по градуировочному графику для паров, мкг; $в$ - общий объем раствора пробы аэрозоля, мл; $в'$ - общий объем раствора пробы паров, мл; $б$ - объем раствора пробы аэрозоля, взятый для анализа, мл; $б'$ - объем раствора пробы паров, взятый для анализа, мл; V - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л (см. приложение 1).

Приведение объема воздуха к стандартным условиям (температура 20°С и давление 760 мм рт. ст.) проводят по следующей формуле:

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

где $V_{ст}$ - 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 $V_{ст}$ следует пользоваться таблицей коэффициентов (см. приложение 2). Для этого надо умножить V_t на соответствующий коэффициент.

Коэффициент К для приведения объема воздуха к стандартным условиям

T, °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	1,1400	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

T, °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
+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	0,9565	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
	),9049	0,9099	0,9149	0,9198	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,9421	0,9471

gost.e-ecolog.ru