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 $\alpha$-хлор-$\alpha$, $\alpha$-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-$\beta$-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

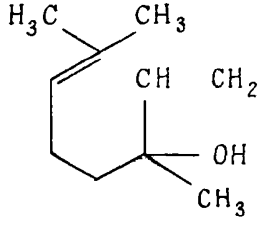
Приложение 2 . . . . . .187

Реклама . . . . . .189

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Главного
государственного санитарного
врача СССР
_____В.И. Чибураев
28 сентября 1989 г.
№ 5073-89

# Методические указания

## по газохроматографическому измерению концентраций линалоола в воздухе рабочей зоны



$C_{10}H_{18}O$

М.м. 154,24

3,7-диметил-1,6-октадиен-3-ол (*линалоол*).

Линалоол - жидкость с желтоватым оттенком. Т. кип. 200°С. Показатель преломления $П_D^{20}$ - 1,4620. Упругость паров при 20°С - $1{,}4 \cdot 10^{-1}$ мм рт. ст., летучесть при этой температуре 1181,5 мг/м$^3$. Хорошо растворяется в ацетоне, этаноле. В воде не растворим. В воздухе линалоол находится в виде паров.

Линалоол относится к веществам, умеренно опасным для развития острого отравления, клиническая картина характеризуется поражением нервной системы, почек и печени. Линалоол обладает слабым раздражающим действием на кожу.

ПДК-5 мг/м$^3$.

### Характеристика метода

Определение основано на использовании газожидкостной хроматографии с применением пламенно-ионизационного детектора. Отбор пробы проводится с концентрированием на полисорбе-1.

Нижний предел измерения в хроматографируемом объеме 0,016 мкг.

Нижний предел измерения в воздухе 2 мг/м$^3$ (при отборе 1 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций линалоола в воздухе от 2 до 40 мг/м$^3$.

Измерению не мешают: анетол, ацетат дегидролиналоола, ацетофенон, дегидролиналоол, дипрениловый эфир, декалол, ионон, линалилацетат, $\beta$-нафтол, сантал, санталидол, фенилэтиловый спирт, цитраль, цитронеллаль.

Суммарная погрешность измерения не превышает ±20%.

Время выполнения измерения, включая отбор пробы, около 30 мин.

## Приборы, аппаратура, посуда

Хроматограф с детектором ионизации в пламени;

хроматографическая колонка из нержавеющей стали или стекла, длиной 300 см, внутренним диаметром 3 мм;

аспирационное устройство;

поглотительные стеклянные трубки длиной 4 см, внутренним диаметром 5 мм;

микрошприц МШ-10, ГОСТ 8043-75;

лупа измерительная, ГОСТ 8304-75;

линейка логарифмическая, ГОСТ 5072-79;

баня водяная;

чашки фарфоровые вместимостью 100 мл, ГОСТ 9147-80;

эксикатор, ГОСТ 25336-82;

пипетки вместимостью 1 и 5 мл, ГОСТ 20292-74;

колбы мерные вместимостью 25 и 100 мл, ГОСТ 1770-74;

колбы конические со шлифом вместимостью 100 мл, ГОСТ 22336-82;

флаконы с резиновой пробкой вместимостью 10 мл.

## Реактивы, растворы и материалы

линалоол, ТУ 18-16-39-83;

полисорб-1, зернение 0,1-0,5 мм;

ацетон, осч, ГОСТ 2603-79;

гексан, хч, ТУ 6-09-3375-78;

толуол, хч, ГОСТ 5789-78;

стандартный раствор линалоола с концентрацией 0,4 мг/мл готовят растворением точной навески (40 мг) линалоола в ацетоне

в мерной колбе на 100 мл. Стандартный раствор устойчив в течение 1 суток в условиях исключения испарения растворителя;

спирт этиловый ректификованный, ГОСТ 18300-87;

неподвижная жидкая фаза - апиезон L;

твердый носитель - хромосорб W-AW-ДМСS, зернение 80-100 меш. или хроматон N-AW-ДМСS, зернение 0,125-0,16 мм;

гелий газообразный высшей очистки марки Б, ТУ 51-940-80;

водород технический марки А, ГОСТ 3022-80;

воздух технический, ГОСТ 17433-80.

## Отбор пробы воздуха

Воздух с объемным расходом 0,5 л/мин аспирируют через поглотительную трубку, содержащую тампоны из стекловолокна и полисорб-1 (0,1 г). Для определения 0,5 ПДК следует отобрать 1 л воздуха. После отбора пробы воздуха поглотительную трубку закрывают с обоих сторон заглушками. Срок хранения трубок с пробой до 2 суток.

## Подготовка к измерению

Насадку для газохроматографической колонки готовят из расчета 25% массы неподвижной фазы апиезона L от массы твердого носителя. Для этого в конической колбе взвешивают 2,5 г апиезона L, прибавляют 80 мл гексана и тщательно перемешивают. В фарфоровой чашке взвешивают 10 г твердого носителя, заливают раствором неподвижной фазы и выдерживают 1 ч.

Удаление растворителя проводят на водяной бане при 50°С при перемешивании (осторожно) стеклянной палочкой. Затем сушат готовую насадку в сушильном шкафу при температуре 100°С в течение 2 ч. Хроматографическую колонку перед заполнением промывают последовательно толуолом, ацетоном, водой, этиловым спиртом. После окончания промывки колонку высушивают под вакуумом (15-20 мм рт. ст.) и при нагревании при 60-80°С.

При заполнении колонки насадкой один ее конец закрывают тампоном из стекловолокна и присоединяют к вакуум-насосу (15-20 мм рт. ст.). В другой конец колонки через воронку небольшими порциями присыпают насадку, уплотняя ее постукиванием по колонке резиновым шлангом. Количество насадки, израсходованное на заполнение колонки составляет (6,3±0,3) г при использовании хромосорба W-AW-ДМСS и (7,8±0,3) г при

использовании хроматона N-AW-ДМСS. После заполнения концы колонки закрывают тампонами из стекловолокна.

Колонку кондиционируют в режиме программирования температуры от 50 до 200°С со скоростью нагрева 1 град/мин при скорости газа-носителя 30-40 мл/мин в течение 6-8 ч без подсоединения колонки к детектору.

Полисорб-1 сушат в сушильном шкафу при температуре 150°С в течение 5 ч, после чего хранят в эксикаторе.

Поглотительные стеклянные трубки промывают ацетоном, сушат в сушильном шкафу при температуре 100°С в течение 1 ч. После охлаждения трубки заполняют полисорбом-1. Концы трубок закрывают тампонами из стекловолокна, предварительно промытого ацетоном и заглушками. Заполненные полисорбом-1 трубки хранят в колбе со шлифом.

Градуировочные растворы линалоола в ацетоне с концентрацией 8, 16, 32, 48, 64 и 80 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора ацетоном в мерной колбе вместимостью 25 мл.

Срок хранения растворов 7 ч.

Градуировочные растворы линалоола в количестве 4 мкл вводят в хроматографическую колонку через самоуплотняющуюся мембрану. Строят градуировочный график, выражающий зависимость площади ($мм^2$) пика от количества компонента (мкг). Построение градуировочного графика необходимо проводить не менее чем по 6 точкам, проводя 5 параллельных определений для каждой концентрации.

## Условия хроматографирования градуировочных смесей и анализируемых проб

Температура термостата колонки - 150°С.
Температура испарителя - 200°С.
Скорость потока газа-носителя (гелия) - 80 мл/мин.
Скорость потока водорода - 40 мл/мин.
Скорость потока воздуха 500 мл/мин.
Скорость движения диаграммной ленты 240 мм/ч.
Рабочая шкала электрометра - $100 \times 10^{-12}$ А.
Время удерживания линалоола - 7 мин.

## Проведение измерения

Содержимое поглотительной трубки, в том числе тампоны, переносят во флакон вместимостью 5-10 мл, приливают 0,5 мл

ацетона, закрывают флакон резиновой пробкой и оставляют на 15 мин. В ацетоновом растворе проба может храниться 2 ч.

Для анализа иглой микрошприца прокалывают резиновую пробку флакона, отбирают 4 мкл экстракта и вводят через самоуплотняющуюся мембрану.

Записывают хроматограмму, вычисляют площадь пика и по градуировочному графику находят количество определяемого компонента. При анализе проводят 3 параллельных определения.

## Расчет концентрации

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

$$X = \frac{a \cdot в}{б \cdot V},$$

где $a$ - количество линалоола, найденное в анализируемом объеме по градуировочному графику, мкг; $в$ - общий объем раствора пробы, мл; $б$ - объем пробы, взятый для анализа, мл; $V$ - объем воздуха, отобранный для акализа 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.); $t^{\circ}$ - 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