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

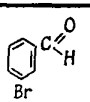
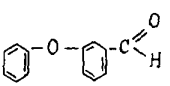
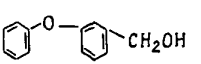
Приложение 2 187

Реклама 189

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Главного
государственного санитарного
врача СССР
_____В.И. Чибураев
28 сентября 1989 г.
№ 5066-89

Методические указания

по газохроматографическому измерению концентраций 3-бромбензальдегида (3-ББА), 3-феноксибензальдегида (3-ФБА) и 3-феноксибензилового спирта (3-ФБС) в воздухе рабочей зоны

Название вещества	Структурная формула	М.м.	Агрегатное состояние, цвет, запах	Плотность, г/см^3	t°кип., C°
3-ББА		185	Прозрачная жидкость желтого цвета со специф. запахом	1,560	245
3-ФБА		198	Маслянистая прозрачная жидкость со слабым запахом	1,154	325
3-ФБС		200	Маслянистая прозрачная жидкость	1,148	335

Все три вещества хорошо растворяются в органических растворителях (ацетон, диэтиловый эфир, хлороформ, толуол, диметилформамид) и практически не растворимы в воде.

В воздухе могут находиться в виде аэрозоля и паров с *преимущественным содержанием аэрозольной фракции.*

Оказывают на организм общетоксическое действие.

Предельно допустимые концентрации: 3-ББА - 1 мг/м^3, 3-ФБА - 5 мг/м^3, 3-ФБС - 5 мг/м^3.

Характеристика метода

Метод основан на использовании газожидкостной хроматографии с применением пламенно-ионизационного детектора. Отбор проб проводится с концентрированием на фильтр или в поглотительный сосуд с диметилформамидом.

Нижний предел измерения 3-ББА - 0,005; 3-ФБА - 0,005; 3-ФБС - 0,01 мкг в хроматографируемом объеме.

Нижний предел измерения в воздухе 3-ББА - 0,5 мг/м^3 (при отборе 10 л воздуха на содержание аэрозоля и 50 л на содержание паров);

3-ФБА - 2,5 мг/м^3 (при отборе 2 л на аэрозоль и 10 л на пары);

3-ФБС - 2,5 мг/м^3 (при отборе 4 л на аэрозоль и 20 л на пары).

Диапазон измеряемых концентраций 3-ББА в воздухе от 0,5 мг/м^3 до 30 мг/м^3, 3-ФБС - от 2,5 до 125 мг/м^3, 3-ФБА в воздухе от 2,5 до 100 мг/м^3.

Измерению не мешают бензальдегид, метиленхлорид.

Суммарная погрешность измерения не превышает ± 10%.

Время выполнения измерения, включая отбор пробы, около 25 мин.

Приборы, аппаратура, посуда

Газовый хроматограф с пламенно-ионизационным детектором;
колонка стеклянная длиной 2 м, диаметром 3 мм;
аспирационное устройство;
фильтродержатели, ТУ 95.72.05—77;
поглотительные сосуды с пористой пластинкой;
секундомер, ГОСТ 5072—75;
линейка измерительная, ГОСТ 427—75;
лупа измерительная, ГОСТ 8304—75;
колбы мерные вместимостью 25 мл, ГОСТ 1770—74;
склянки пенициллиновые;
микрошприц, МШ-10, ГОСТ 8043—74.

Реактивы, растворы и материалы

3-Бромбензальдегид, хч;
3-Феноксибензальдегид, хч;
3-Феноксибензиловый спирт, хч;
хлороформ, хч, ТУ 6-90-4263—76;
диметилформамид (ДМФА), хч, ТУ 711-11—69;

стандартный раствор № 1 3-ББА. Во взвешенную мерную колбу вместимостью 25 мл с 10-15 мл хлороформа (или ДМФА) вносят 1 каплю 3-ББА, колбу повторно взвешивают и доводят объем до метки хлороформом (или ДМФА). Вычисляют содержание 3-ББА в 1 мл раствора;

стандартный раствор 3-ББА № 2 с содержанием 1 мг/мл готовят соответствующим разбавлением раствора № 1 хлороформом (или ДМФА);

стандартные растворы 3-ФБА и 3-ФБС № 1 и № 2 готовят аналогично с той же концентрацией;

растворы в ДМФА устойчивы в течение длительного времени (более 3-х месяцев), растворы в хлороформе в виду его летучести малоустойчивы;

хроматографическая насадка: хроматон N-AW (0,16 - 0,20 мм) с 5% SE-30;

фильтры АФА-ХА-20;

газообразный азот, ГОСТ 9293—74; водород, ГОСТ 3022—80; воздух, ГОСТ 11882—73, в баллонах с редукторами.

Отбор пробы воздуха

Воздух с объемным расходом 3 л/мин аспирируют через фильтр АФА-ХА-20 и последовательно соединенный с ним поглотительный сосуд с пористой пластинкой, содержащий 5 мл ДМФА. Для измерения 1/2 ПДК 3-ББА следует отобрать 10 л воздуха на аэрозоль и 50 л на пары; для 1/2 ПДК 3-ФБА следует отобрать 2 л на аэрозоль и 10 л на пары; для 1/2 ПДК 3-ФБС следует отобрать 4 л на аэрозоль и 20 л на пары.

Пробы на фильтрах следует анализировать в день отбора, пробы в поглотителях могут храниться более месяца.

Подготовка к измерению

Хроматографическую колонку заполняют готовой насадкой - хроматоном N-AW с 5% SE-30 с подсоединением слабого вакуума и кондиционируют в токе азота при 250 °С в течение 8-10 ч.

Градуировочные растворы с содержанием 3-ББА от 0,005 мг/мл до 0,3 мг/мл готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № 2 хлороформом (или ДМФА) в объеме 10 мл.

Градуировочные растворы с содержанием 3-ФБА от 0,005

мг/мл до 0,2 мг/мл готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № 2 хлороформом (или ДМФА) в объеме 10 мл.

Градуировочные растворы с содержанием 3-ФБС от 0,01 мг/мл до 0,5 мг/мл готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № 2 хлороформом (или ДМФА) в объеме 10 мл.

Для построения градуировочного графика вводят по 1 мкл каждого раствора в хроматограф через самоуплотняющуюся мембрану. Строят градуировочную кривую, выражающую зависимость площади ($мм^2$) пика от количества компонента в хроматографируемом объеме (мкг). Построение градуировочной кривой необходимо проводить не менее, чем по 5 точкам, проводя 5 параллельных определений для каждой концентрации.

Условия хроматографирования градуировочных смесей и анализируемых проб

Температура колонки

при определении 3-ББА - 120 °С;

при определении 3-ФБА и 3-ФБС - 190 °С.

Температура испарителя соответственно - 150 и 230 °С.

Скорость потока газа-носителя (азот) - 40 мл/мин.

Скорость потока водорода - 40 мл/мин.

Скорость потока воздуха - 300 мл/мин.

Скорость движения диаграммной ленты - 200 мм/ч.

Время удерживания:

3-ББА (при 120 °С) - 5 мин 20 с;

3-ФБА (при 190 °С) - 4 мин 55 с;

3-ФБС (при 190 °С) - 6 мин 38 с.

Проведение измерения

Фильтр помещают в пенициллиновую склянку, заливают 1 мл хлороформа (но не ДМФА, т.к. образуется клееподобная масса), тщательно перемешивают. По 1 мкл раствора из склянки и из поглотительного сосуда вводят в хроматограф, записывают хроматограммы, вычисляют площади пиков и по градуировочному графику находят количество анализируемого вещества на фильтре и в поглотителе. Результаты суммируют.

Расчет концентрации

Концентрацию анализируемых веществ (мг/м^3) вычисляют по формуле

$$C = \frac{а \cdot в}{б \cdot V},$$

где $а$ - количество вещества, найденное в анализируемом объеме раствора по градуировочному графику, мкг; $в$ - общий объем анализируемой пробы, мл; $б$ - объем пробы, взятый для анализа, мл; V - объем воздуха, отобранный для анализа, 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