Министерство здравоохранения СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

22/I

Москва - 1988

gost.e-ecolog.ru

Министерство здравоохранения СССР

М Е Т О Д И Ч Е С К И Е У К А З А Н И Я
ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

22/I

Москва - 1988

Методические указания по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и санитарных лабораторий на промышленных предприятиях 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 внедрения санитарно-гигиенических мероприятий, установления необходимости использования средств индивидуально защиты органов дыхания, оценки влияния вредных веществ на состояние здоровья работающих и др.

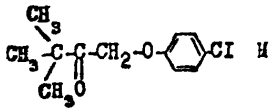
Включенные в данный выпуск методические указания подготовлены в соответствии с требованиями ГОСТ I2.I.005-76 "ССБТ.Воздух рабочей зоны. Общие санитарно-гигиенические требования" и ГОСТ I2.I.0I6-79 "ССБТ.Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерения концентраций вредных веществ" и одобрены Проблемной комиссией "Научные основы гигиены труда и профессиональной патологии". Методические указания являются обязательными при осуществлении вышеуказанного контроля.

Ответственные за выпуск: С.И.Муравьева, Г.А.Дьякова, К.М.Грачева, В.Г.Овечкин.

Настоящие методические указания разрешается размножить в необходимом количестве экземпляров.

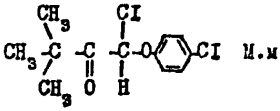
УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Главного государственного санитарного врача СССР
А.И.Заиченко
"11" декабря 1987 г.
№ 4464-87

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ 1-(4 ХЛОРФЕНОКСИ)-3,3-ДИМЕТИЛБУТАНОНА-2 и 1-ХЛОР-(4-ХЛОРФЕНОКСИ)-3,3-ДИМЕТИЛБУТАНОНА-2 В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



М.м.226,7

1-(4 хлорфенокси)-3,3диметилбутанон-2; хлорфеноксипинаколин; ХФП



М.м.262,1

1-хлор-(4 хлорфенокси)-3,3 диметилбутанон-2; хлорфеноксихлорпинаколин ХФХП

ХФП - кристаллы белого цвета, $T_{пл.}$ 63°С, хорошо растворим в гексане, толуоле, ацетоне, этаноле, эфире. Плохо растворяется в воде.

ХФХП - кристаллы светложелтого цвета, $T_{пл.}$ 67°С, хорошо растворим в гексане, толуоле, ацетоне, этаноле, эфире.

ХФП и ХФХП в воздухе находятся в виде аэрозоля и паров. Обладают функциональной кумуляцией.

ОБУВ ХФП и ХФХП - 30 мг/м^3.

ХАРАКТЕРИСТИКА МЕТОДА

Метод основан на использовании газожидкостной хроматографии с применением детектора постоянной скорости рекомбинации (детектор по захвату электронов).

Отбор проб проводят с концентрированием: аэрозоля на фильтри, паров в толуол.

Нижний предел измерения в хроматографируемом объеме 0,02 мкг.

Нижний предел измерения в воздухе 15 мг/м^3 (при отборе 4 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций в воздухе от 15 до 150 мг/м^3.

Измерению не мешают пинаколин, моно- и дихлорпинаколин, 1,1 ди-(4 хлорфенокси)-3,3 диметилбутанон - 2

Суммарная погрешность не превышает ± 25%

Время выполнения измерения около 40 мин.

ПРИБОРЫ, АППАРАТУРА, ПОСУДА

Хроматограф марки "Цвет 164" или аналогичный прибор с детектором постоянной скорости рекомбинации.

Колонка стеклянная, длиной 2 м и внутренним диаметром 3 мм.

Аспирационное устройство.

Фильтродержатели.

Поглотительные приборы с пористой пластинкой № 2.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, вместимость 50 и 100 мл.

Пипетки, ГОСТ 20292-74, вместимостью 1, 5 и 10 мл.

Пробирки с притертой пробкой, ГОСТ 10515-75, вместимостью 10 мл.

Посуда лабораторная, ГОСТ 1770-74.

Ротационный вакуумный испаритель с набором колб ИР-1 М, ТУ 25-11-917-74.

Колбы для упаривания грушевидные, ГОСТ I0394-72, вместимостью 50 мл.

Микрошприц МШ-I0, ГОСТ 8043-74.

Линейка измерительная, ГОСТ 8309-75.

Лупа измерительная, ГОСТ 8309-75.

Секундомер, ГОСТ 5072-79.

Водоструйный насос.

РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ, МАТЕРИАЛЫ

Стандартные растворы ХФП и ХФХП № I с концентрацией I мг/мл готовят взятием точной навески I00 мг и растворением ее в мерной колбе на I00 мл толуолом. При хранении в холодильнике растворы устойчивы в течение I месяца.

Стандартные растворы ХФП и ХФХП № 2 с концентрацией I00 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № I толуолом.

Толуол, ГОСТ 5789-78, ч.д.а. свежеперегнанный.

Фильтры "Синяя лента" диаметром 7 см, ТУ 6-09-I676-77.

Насадка для колонки: хроматон N-AW-HM ДС С с 5% SE=30, фракция 0,I6-0,20 мм (производство ЧССР)

Газообразный аргон, ч., ГОСТ I0I57-79 и воздух, ГОСТ II882-73 в баллонах с редуктором.

ОТБОР ПРОБЫ ВОЗДУХА

Для определения аэрозоля ХФП и ХФХП воздух со скоростью 2л/мин аспирируют через фильтр, помещенный в фильтродержатель. Для определения 0,5 ОБУВ следует отобрать 4 л воздуха.

Для определения паров ХФП и ХФХП воздух со скоростью 0,5л/мин

аспирируют через систему, состоящую из фильтродержателя с фильтром и 2-х последовательно соединенных с ним поглотительных приборов, содержащих по 50 мл толуола.

Во время отбора пробы поглотительные приборы охлаждают смесью льда с хлоридом натрия. Анализируют лишь содержимое поглотительных сосудов. Для определения 0,5 ОБУВ достаточно отобрать 4 л воздуха.

Срок хранения отобранных проб - 5 суток в холодильнике.

ПОДГОТОВКА К ИЗМЕРЕНИЮ

Хроматографическую колонку заполняют готовой насадкой с подсоединением слабого вакуума (с помощью водоструйного насоса). Колонку помещают в термостат хроматографа и, не подсоединяя к детектору, кондиционируют при скорости газа-носителя 30 мл/мин в режиме программирования температуры от 50 до 250°С со скоростью нагрева 2° С/мин, а затем в изотермическом режиме при 250°С в течение 10 часов.

Градуировочные растворы с содержанием от 10 до 100 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № 2 толуолом, они устойчивы в течение 5 суток при хранении в холодильнике.

Градуировочные растворы готовят согласно таблице. 22

Таблица 22

Шкала стандартов для определения ХФП, ХФХП

Номер стандарта	Стандартный раствор № 2 мл	Стандартный раствор № 2 100 мкг/мл	Растворитель толуол, мл	Содержание ХФП и ХФХП в 2 мкл хроматографируемого раствора, мкг
1	2		3	4
1	0		10	0
2	1,0		9,0	0,02
3	2,0		8,0	0,04

I	2	3	4
4	4,0	6,0	0,08
5	6,0	4,0	0,I2
6	8,0	2,0	0,I6
7	I0	0	0,2

Для количественного определения используют метод абсолютной калибровки. В испаритель хроматографа через самоуплотняющуюся мембрану вводят по 2 мкл каждого из градуировочных растворов, приготовленных согласно таблице. На основании полученных данных строят градуировочный график, выражающий зависимость высоты пика (мм) от количества компонента (мкг). Построение градуировочного графика проводят из 5 параллельных определений для каждой концентрации.

Условия хроматографирования градуировочных смесей и анализируемых проб:

температура термостата колонок I90°С

температура испарителя 260°С

температура термостата детектора 260°С

скорость потока газа-носителя 30 мл/мин (аргона)

скорость потока воздуха (поддувочного газа) I90 мл/мин

Скорость движения диаграммной ленты 240 мм/час

чувствительность по шкале электрометра, ом 64 x $I0^{I0}$

Время удерживания: ХФП - 3 мин. 22 сек.

ХФХП- 4 мин.

ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЯ

Для определения концентрации аэрозолей фильтр переносят в стаканчик и смывают толуолом по 3 мл дважды при перемешивании стеклянной палочкой. Фильтр отжимают и удаляют, экстракт переносят в пробирку с пришлифованной пробкой. Хроматографируют раство-

ры проб, вводя в испаритель хроматографа по 2 мкл раствора.

Для определения концентрации паров ХФП и ХФХП содержимое поглотительных сосудов количественно переносят в грушевидную колбу, обмывая стенки поглотительных сосудов толуолом. Растворитель отгоняют до объема 2-3 мл, переносят в пробирку с притертой пробкой, колбу ополаскивают толуолом, сливают в пробирку так, чтобы объем раствора был 5 мл и хроматографируют, вводя в испаритель хроматографа по 2 мкл. Количественное определение ХФП и ХФПХ проводят по предварительно построенному градуировочному графику.

РАСЧЕТ КОНЦЕНТРАЦИИ.

Концентрации ХФП и ХФХП в мг/м^3 (С) в воздухе вычисляют по формуле:

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

а - количество вещества, найденное в анализируемом объеме поглотительного раствора по калибровочному графику, мкг;

в - общий объем поглотительного раствора, мл;

б - объем поглотительного раствора, взятого для анализа, мл;

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

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

Справочное

Приведение объема воздуха к условиям по ГОСТ 12.1.016-79 (температура 20°С, давление 760 мм рт.ст.) проводят по следующей формуле:

$$V = \frac{V_t (273+20) \cdot P}{(273+t^\circ) \cdot 101{,}33}$$, 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 следует пользоваться таблицей коэффициентов (приложение 2). Для приведения объема воздуха к температуре 20°С и к давлению 760 мм рт.ст. надо умножить V_t на соответствующий коэффициент.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

Справочное

Коэффициент К для приведения объема воздуха к условиям по ГОСТ 12.1.016-79

°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	1,1159	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	0,999	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	0,9786
+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	0,9198	0,248	0,9297	0,9347	0,9397	0,9421	0,9471

Приложение 3

П Е Р Е Ч Е Н Ь

учреждений, представивших "Методические указания по измерению концентраций вредных веществ в воздухе"

№ п/п	Наименование вещества	Учреждения, представившие Методические указания
I	2	3
I	аценафтен	НИОПИК, Донецкий мединститут
2	3,3-диметилбутанон-2 (пинаколин)	НИИ химии АН УзССР
3	дисульфан	НИИ лексредств
4	I,I-ди(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанон-2	НИИ химии АН УзССР
5	изобутиронитрил	Волгоградская обл.СЭС
6	3-изоцианотолуол	Горьковский НИИ ГТиПЗ
7	красители активные хлортриазиновые	НИОПИК
8	красители винилсульфоновые	НИОПИК
9	красители дисперсные антрахиноновые	НИОПИК
I0	красители триарилметановые	НИОПИК
II	красители фталоцианиновые	НИОПИК
I2	крезидин	НИОПИК
I3	натрия гидрокарбонат	Донецкий НИИ ГТиПЗ
I4	натрий монохлоруксусный	Уфимский НИИ ГТиПЗ
I5	натриевая соль полифталоцианина кобальта	Уфимский НИИ ГТиПЗ
I6	рибофлавин	НИИ лексредств
I7	*L* -сорбоза	НИИ ГТиПЗ АМН СССР
I8	сульфазин, сульфадиазин серебра, уросульфан	НИИ лексредств
I9	сульфантрол	НИИ лексредств
20	I,2,4-триазол	НИИ химии АН УзССР
2I	триэтилфосфат	Львовский мединститут

I	2	3
22	I-хлор-3,3-диметилбутанон-2	НИИ химии АН УзССР
23	I,4-хлорфенокси-(3,3-диметилбутанон-2)	НИИ химии АН УзССР
24	I-хлор(4-хлорфенокси)-3,3-диметил-бутанон-2	НИИ химии АН УзССР
25	цианамид кальция	Армянский НИИ ГТиПЗ

Приложение 4

Вещества, определяемые по ранее утвержденным и опубликованным Методическим указаниям

Наименование веществ	Методические указания
I,I,5-тригидроперфторамилакрилат	МУ на фотометрическое определение фторорганических соединений в воздухе, М., 1981, с. 187 (переизданный сборник МУ, вып. I-5) коэффициент пересчета с фтора I,88
I,I-дигидроперфторамилакрилат	коэффициент пересчета с фтора I,78
I,I,7-тригидроперфторгептилакрилат	коэффициент пересчета с фтора I,69
I,I-дигидроперфторгептилакрилат	коэффициент пересчета с фтора I,64

Указатель определяемых веществ

Аспнафтен 3
Гидрокарбонат натрия 7
3,3-диметилбутанон-2 12
6,7-диметил-9-(Д-1-рибитил)изоаллоксазин (рибофлавин) 18
Дисульфан 22
1,1-ди(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанон-2(дихлорфеноксипинаколин)26
Изобутиронитрил 31
3-изоцианотолуол (м-толилизоцианат) 35
Красители: активные винилсульфоновые 48
активный красно-фиолетовый 2КТ 44
активные хлортиазиновые 65
дисперсные антрахиноновые 40
дисперсный прочный желтый 2К 44
основные триарилметановые 54
фталоцианиновые 60
Крезидин 70
Монохлоруксусный натрий 76
Натриевая соль полифталоцианина кобальта 81
L-сорбоза 86
Сульфадиазин серебра 92
Сульфазин 92
Сульфантрол 97
1,2,4-триазол 101
Триэтилфосфат 110
Уросульфан 92
1-хлор-3,3-диметилбутанон-2 115
1-(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанон-2 120
1-хлор-(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанон-2 120
Цианамид кальция 126

С О Д Е Р Ж А Н И Е

стр.

1. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций аценафтена в воздухе рабочей зоны. 3
2. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций гидрокарбоната натрия в воздухе рабочей зоны. 7
3. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 3,3-диметилбутанона-2 в воздухе рабочей зоны. 12
4. Методические указания по флуориметрическому измерению концентрации 6,7-диметил-9-(Д-I-рибитил)изоаллоксазина (рибофлавина) в воздухе рабочей зоны 18
5. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций дисульфана в воздухе рабочей зоны. 22
6. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций I,I-ди(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанона-2(дихлорфеноксипинаколина) в воздухе рабочей зоны.26
7. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций изобутиронитрила в воздухе рабочей зоны. 31
8. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 3-изоцианотолуола (м-толилизоцианата) в воздухе рабочей зоны 35
9. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций дисперсных антрахиноновых красителей в воздухе рабочей зоны. 40

10. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций красителей активного красно-фиолетового 2КТ и дисперсного прочного желтого 2К при совместном присутствии в воздухе рабочей зоны 44
11. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций винилсульфоновых активных красителей: бордо 4 СТ, желтого 2 КТ, алого 4 КТ, желтого светопрочного 2 КТ, красно-фиолетового 2 КТ, красно-коричневого 2 КТ в воздухе рабочей зоны 48
12. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций основных триарилметановых красителей (основного фиолетового К, основного синего К, основного ярко-зеленого сульфата, основного ярко-зеленого оксалата) в воздухе рабочей зоны 54
13. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций водорастворимых фталоцианиновых красителей в воздухе рабочей зоны 60
14. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций активных хлортриазиновых красителей в воздухе рабочей зоны 65
15. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации крезидина в воздухе рабочей зоны. 70
16. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации монохлоруксусного натрия в воздухе рабочей зоны. 76
17. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций натриевой соли полифталоцианина кобальта в воздухе рабочей зоны 81

18. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций L-сорбозы в воздухе рабочей зоны 86
19. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций сульфазина, сульфадиазина серебра, уросульфана в воздухе рабочей зоны 92
20. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций сульфантрола в воздухе рабочей зоны. 97
21. Методические указания по газохроматографическому и хроматографическому измерению концентраций 1,2,4-триазола в воздухе рабочей зоны 101
22. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций триэтилфосфата в воздухе рабочей зоны 110
23. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 1-хлор-3,3-диметилбутанона-2 в воздухе рабочей зоны 115
24. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 1-(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанона-2 и 1-хлор-(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанона-2 в воздухе рабочей зоны.120
25. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации цианамида кальция в воздухе рабочей зоны 126
Приложение 1 131
Приложение 2 132
Приложение 3 133
Приложение 4 135
Указатель определяемых веществ 136

gost.e-ecolog.ru

т.-47854 от. 23.04.82 п. л. 2,75 Зак. №1562 Тир 100
Типография Министерства здравоохранения СССР