Государственная система санитарно-эпидемиологического нормирования

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Сборник методических указаний МУК 4.1.100—96 - МУК 4.1.197—96

Выпуск № 29

Издание официальное

Минздрав России
Москва•1998

gost.e-ecolog.ru

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Сборник методических указаний МУК 4.1.100—96 - МУК 4.1.197—96

Выпуск № 29

ББК 51.21
И37

И37 **Измерение** концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны: Методические указания.—М.: Информационно-издательский центр Минздрава России, 1998.— 429 с.

ISBN 5—7508—0112—8

1. Методические указания по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны (выпуск № 29) разработаны с целью обеспечения контроля соответствия фактических концентраций вредных веществ их предельно допустимым концентрациям (ПДК) и ориентировочным безопасным уровням воздействия (ОБУВ) - санитарно-гигиеническим нормативам и являются обязательными при осуществлении санитарного контроля.

2. Методические указания по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны утверждены и. о. Председателя Госкомсанэпиднадзора России - заместителем Главного государственного санитарного врача Российской Федерации 8 июня 1996 г.

3. Введены впервые.

4. Включенные в данный выпуск 98 методик контроля вредных веществ в воздухе рабочей зоны разработаны и подготовлены в соответствии с требованиями ГОСТа 12.1.005—88 ССБТ «Воздух рабочей зоны. Общие санитарно-гигиенические требования», ГОСТа 12.1.016—79 ССБТ «Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерения концентраций вредных веществ» и ГОСТа Р1.5.—92 п. 7.3. Методические указания одобрены на совместном заседании группы Главного эксперта Федеральной комиссии по санитарно-гигиеническому нормированию «Лабораторно-инструментальное дело и метрологическое обеспечение» и методбюро п/секции «Промышленно-санитарная химия» Проблемной комиссии «Научные основы гигиены труда и профпатологии».

Ответственные исполнители: Г. А. Дьякова, С. И. Муравьева.

Исполнители: Г. А. Дьякова, Е. М. Малинина, С. М. Попова, Е. Н. Грицун.

ББК 51.21

ISBN 5—7508—0112—8

©*Информационно-издательский*
центр Минздрава России

Содержание

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций п-аминосалициловокислого натрия (ПАСК натрия) в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.100—96 9

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций антраниловой кислоты (о-аминобензойной кислоты) в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.101—96 13

Методические указания по измерению концентраций АТФ и натриевой соли п-толуолсульфомочевины в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.102—96 17

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций ацетанилида в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.103—96 22

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций ацетата метилциклогексанола (секстейта) в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.104—96 26

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций ацетона, этилацетата, циклогексана, толуола и п-ксилола в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.105—96 30

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций ацетоуксусного эфира в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.106—96 35

Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций бензоата лития в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.107—96 39

Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций бепаска (пара-бензоиламиносалицилата кальция) в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.108—96 43

Методические указания по измерению концентраций п-бромацетанилида в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.109—96 47

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций бромкамфоры в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.110—96 51

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций винилоксиэтилдитиокарбамата калия (виндитата) в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.111—96 55

Методические указания по измерению концентраций гексавинилдисилоксана в воздухе рабочей зоны методом определения количества двойных связей. МУК 4.1.112—96 60

Методические указания по измерению концентраций гексенала в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.113—96 63

Методические указания по измерению концентраций гексеналовой кислоты в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.114—96 67

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций геметрела в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.115—96 71

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 6,12-гемикеталя-п-α-5-окситетрациклина (гемикеталя) в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.116—96 75

Методические указания по измерению концентраций гигрония в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.117—96 79

Методические указания по измерению концентраций гидрохлорида п-броманилина в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.118—96 83

Методические указания по измерению концентраций глибутида (1-бутилбигуанидина гидрохлорид) в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии. МУК 4.1.119—96 87

Методические указания по полярографическому измерению концентраций диметилкадмия в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.120—96 92

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 2,6-диметил-3,5-дикарбометокси-4-(о-дифторметоксифенил)-1,4-дигидропиридина (форидона) в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.121—96 96

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций диметиловых эфиров адипиновой, глутаровой и янтарной кислот в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.122—96 100

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций дипироксима в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.123—96 106

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций γ-(2,4-дитретамилфенокси)масляной и 2,4-дитретамилфенокси-уксусной кислот в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.124—96 110

Методические указания по измерению концентраций 1,1-дифенилацетона (1,1-дифенил-2-пропанона) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.125—96 114

Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций доксициклина в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.126—96 118

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций доксициклина тозилата монометанолата моногидрата (доксициклина тозилата) в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.127—96 122

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций железо-иттриевого граната в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.128—96 126

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций йодида калия (калия йодистого) в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.129—96 130

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций йодистого метила в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.130—96 134

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций ионола в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1 131—96 138

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций калиевой соли перметриновой кислоты в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.132—96 142

Методические указания по измерению концентраций кальция стеариновокислого в воздухе рабочей зоны методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии. МУК 4.1 133—96 149

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций п-карбометоксисульфанилхлорида в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.134—96 154

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 1-карбэтоксиметил-4-карбэтоксипиперидина в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.135—96 158

Методические указания по измерению концентраций ксантинол-никотината (7-2-окси-3-метил-оксиэтиламино) пропил-теофилина основание) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.136—96 163

Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций леспедеции копеечниковой (сухого экстракта листьев) (хелепина) в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.137—96 167

Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций леспедеции копеечниковой (травы) в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.138—96 171

Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций лигносульфонатов технических модифицированных с пеногасителем (лорзина) в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.139—96 175

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций магния сульфата в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.140—96 179

Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций метациклина в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.141—96 183

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций метиламиноацеталя (N-метил-β,β-диэтоксиэтиламина) в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.142—96 187

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций бис-(2-метокси)-этилового эфира себациновой кислоты в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.143—96 191

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций натрия бромида в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.144—96 195

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций нитрита кальция в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.145—96 199

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций нитрит-нитрат хлорида кальция в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.146—96 203

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 5-нитрофурфурола в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.147—96 207

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций оксибутирата натрия в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.148—96 211

Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций 1-окси-6-метокси-1,2,3,4-тетрагидро-β-карболина (β-карболин) в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.149—96 215

МУК 4.1.100—96 – МУК 4.1.197—96

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций перметриновой кислоты в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.150—96 219

Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций пижмы обыкновенной (цветков) в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.151—96 223

Методические указания по измерению концентраций пирацетама в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии. МУК 4.1.152—96 227

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций пиперидина в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.153—96 232

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций сахарина в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.154—96 236

Методические указания по измерению концентраций свинца стеариновокислого в воздухе рабочей зоны методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии. МУК 4.1.155—96 240

Методические указания по измерению концентраций серебра стеариновокислого в воздухе рабочей зоны методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии. МУК 4.1.156—96 245

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций соли 1-β-аминоэтил-2-алкил-(C_{12}—C_{20})-2-имидазолина и жирных кислот таллового масла в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.157—96 249

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций соли N-ацил-(C_{12}—C_{20})-диэтилентриамина и жирных кислот таллового масла в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.158—96 254

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций соли карбоновых кислот (C_{18}—C_{20}) и моноэтаноламина в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.159—96 259

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций сульфата железа (II) в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.160—96 264

Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций сухих листьев сенны (кассии) в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.161—96 268

Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций сухого экстракта листьев сенны (антрасеннина) в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.162—96 272

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций тетрагидроиндена (ТГИ) в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.163—96 276

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций п-трет-бутилфенола в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.164—96 281

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций N,N-бис-(триметилсилил)-мочевины в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.165—96 285

Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций триметилхинола (4-гидрокси-2,4,6-триметил-2,5-циклогексадиенон-1) и мезитола в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.166—96 289

Методические указания по измерению концентраций 3-трифторметилдифениламина в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.167—96 295

Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций 2-трифторметилфенотиазина в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.168—96 299

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций уксусного ангидрида в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.169—96 303

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций уксусного ангидрида в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.170—96 307

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 3-феноксибензилтриэтиламмония хлорида в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.171—96 311

Методические указания по сорбционно-люминесцентному измерению концентраций формальдегида в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.172—96 315

Методические указания по измерению концентраций фторацизина в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии. МУК 4.1.173—96 319

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций п-фторнитробензола в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.174—96 323

Методические указания по сорбционно-люминесцентному измерению концентраций фтороводорода в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.175—96 327

Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций N-(2[1]-фурадонил)-5-фторурацила (фторафура) в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.176—96 331

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций хинуклидона гидрохлорида в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.177—96 335

Методические указания по нефелометрическому измерению концентраций хлоргидрата хлорангидрида фенилглицина в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.178—96 340

Методические указания по измерению концентраций хлоргидрата хлорангидрида фенилглицина в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии. МУК 4.1.179—96 344

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций п-α-хлорметациклина тозилата в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.180—96 348

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 1-хлор-1-фенилацетона в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.181—96 352

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций цианацетилциазона в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.182—96 356

Методические указания по измерению концентраций цинка стеариновокислого в воздухе рабочей зоны методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии. МУК 4.1.183—96 360

МУК 4.1.100—96 – МУК 4.1.197—96

Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций эвкалимина в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.184—96 365

Методические указания по измерению концентраций этилового эфира дифениламинокарбаминовой кислоты в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии. МУК 4.1.185—96 369

Методические указания по измерению концентраций эфедрина гидрохлорида в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии. МУК 4.1.186—96 373

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций тетрахлорпиколинов в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.187—96 378

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 1-фенил-3-аминопиразолона-5 в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.188—96 383

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций хлорангидрида перметриновой кислоты в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.189—96 387

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций жидкости НГЖ-5У в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.190—96 392

Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций натриевой соли дезоксирибонуклеиновой кислоты (Na – ДНК) в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.191—96 396

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций цианистого бензила в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.192—96 400

Методические указания по измерению концентраций аллергена клещевины в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.193—96 404

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 5/6/-амино-2-n-аминофенил/бензимидазола (Мягчитель-2//АФБ) в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.194—96 409

Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций аранозы (3/a-Z-арабинопиранозил-1-метил-1-нитрозомочевина) в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.195—96 . . . . . .

Методические указания по измерению концентраций рицина в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.196—96 . . . . . .

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций n-фенилендиамина в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.197—96 422

Приложение 1. Приведение объема воздуха к условиям по ГОСТу 12.1.016—79 (температура 20 °С, давление 760 мм рт. ст.) 426

Приложение 2. Коэффициент К для приведения объема воздуха к условиям по ГОСТу 12.1.016—79 427

Приложение 3. Вещества, опубликованные по ранее утвержденным и опубликованным Методическим указаниям 428

УТВЕРЖДЕНО

И. о. Председателя Госкомсанэпиднадзора России – заместителем Главного государственного санитарного врача Российской Федерации

Г. Г. Онищенко

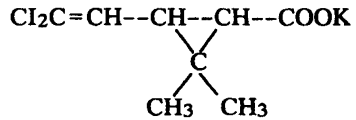
8 июня 1996 г.

МУК 4.1.132—96

Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций калиевой соли перметриновой кислоты в воздухе рабочей зоны



М. м. 247,00

Калиевая соль перметриновой кислоты – вазелиноподобная масса желтого цвета. Сильно гигроскопична. Плохо растворима в органических растворителях. Хорошо растворима в воде. В воздухе рабочей зоны может находиться в виде аэрозоля (туман).

Упругость паров при 20 °С – $5 \cdot 10^{-5}$ мм рт. ст.

Обладает общетоксическим действием.

ОБУВ в воздухе – 0,5 мг/м^3.

Издание официальное

Настоящие методические указания не могут быть полностью или частично воспроизведены, тиражированы и распространены без разрешения Департамента госсанэпиднадзора Минздрава России.

Характеристика метода

Определение основано на использование газожидкостной хроматографии с применением детектора по захвату электронов (ДЭЗ).

Отбор проб проводят с концентрированием в поглотительный раствор 0,5 % КОН.

Нижний предел измерения в хроматографируемом объеме - 0,5 нг.

Нижний предел измерения в воздухе - 0,25 мг/м^3 (при отборе 10 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций калиевой соли перметриновой кислоты в воздухе от 0,25 до 2,5 мг/м^3.

Определению не мешают полупродукты получения перметриновой кислоты.

Суммарная погрешность измерения не превышает ±17,8 %.

Время выполнения определения, включая отбор пробы, - 60 мин.

Приборы, аппаратура, посуда

Хроматограф с детектором по захвату электронов	
Колонка стеклянная, длиной 100 см, внутренним диаметром 3 мм	
Аспирационное устройство	
Поглотительные приборы с пористой пластинкой	
Мерные колбы, вместимостью 1000 мл	ГОСТ 1770—74
Пипетки, вместимостью 10, 5, 2 и 1 мл	ГОСТ 20292—74
Делительные воронки, вместимостью 100 мл	ГОСТ 25336—82
Микрошприц МШ-10М	
Колбы грушевидные, вместимостью 50 мл	ГОСТ 9737—70
Колба КГУ-2-1-100-14/23ТС	ГОСТ 25336—82
Колба ОГ-2-100-14/23ТС	ГОСТ 25336—82
Холодильник ХШ-1-200-14/23ХС	ГОСТ 25336—82
Воронка ВК-50 ХС	ГОСТ 25336—82
Трубка ТХ 45-14/23	ГОСТ 25336—82
Капилляр 14/23	
Шланг резиновый	
Стакан полиэтиленовый	
Линейка измерительная, цена деления 1 мм	ГОСТ 4272—75
Баня водяная	

Регулятор температуры УКТ-4 У-2	ТУ 25 111378—77
Термометр контактный типа ТПК	ГОСТ 9871—61
Секундомер механический СОС-пр. 26-2-000	
Барометр БК-75, цена деления 0,1 кПа	ТУ 35—04—223—75
Насос водоструйный	ГОСТ 25336—82

Реактивы, растворы и материалы

Гексан, х. ч., свежеперегнанный	ТУ 6—09—3375—78
Твердый носитель, хроматон N-AW зернением 0,16—0,20 мм с 5 % жидкой фазы SE-30, производства ЧССР	
Азот, ос. ч., из баллона с редуктором	ГОСТ 9293—73
Калия гидроокись, ч. д. а.	ГОСТ 9285—78
Метилен хлористый, х. ч.	ТУ 6—09—2662—77
Хлороформ, х. ч.	ГОСТ 20015—74
Гидразин-гидрат, ч. д. а.	ГОСТ 5832—65
Метанол, в. ч.	ТУ 6—09—1709—77
Диэтиловый эфир, х. ч.	ГОСТ 6262—79
Кальций хлористый, х. ч.	ГОСТ 4460—77
Стеариновая кислота или любая твердая органическая кислота	
Соляная кислота, х. ч.	ГОСТ 3118—77
Водный раствор калиевой соли перметриновой кислоты 70 % (содержание соли установлено потенциометрическим титрованием)	

Для получения диазометана в круглодонную колбу (рис. 1), вместимостью 100 мл, снабженную капельной воронкой с байпасом и обратным холодильником, помещают 12 г (0,2 моля) гидрата окиси калия, 6 мл или 6,1 г (0,12 моля) гидразин-гидрата и 6 мл или 5,3 г (0,17 моля) метанола. Охлаждают колбу до +5 °С смесью воды со льдом и начинают медленно прибавлять из капельной воронки 10 мл или 14,9 г (0,12 моля) хлороформа, постепенно увеличивая скорость. При этом реакционная масса приобретает желтую окраску. Выделяющийся в ходе реакции диазометан, через обратный холодильник, соединенный с капилляром резиновым шлангом, поступает в двугорлую колбу, вместимостью 100 мл, и растворяется в 50 мл осушенного диэтилового эфира. Предварительно колбу, заполненную диэтиловым эфиром, укрепляют в полиэтиленовом стакане с водой и помещают в морозильную камеру холодильника на 6—8 часов при температуре -12—18 °С. По окончании прибавления хлороформа реакционную колбу нагре-

вают до +40 °С на водяной бане для полного удаления диазометана из реакционной массы. Когда реакционная масса и поверхность холодильника обесцветятся, реакцию считают завершенной. Выход диазометана - 25 % от теоретического. При работе с диазометаном нужно учитывать, что он взрывчат и ядовит. Целесообразно получать диазометан в растворах, которые устойчивы при их хранении в герметично закрытых колбах в морозильной камере холодильника. Реакцию получения диазометана следует проводить в вытяжном шкафу, строго соблюдая правила производственной санитарии и личной гигиены.

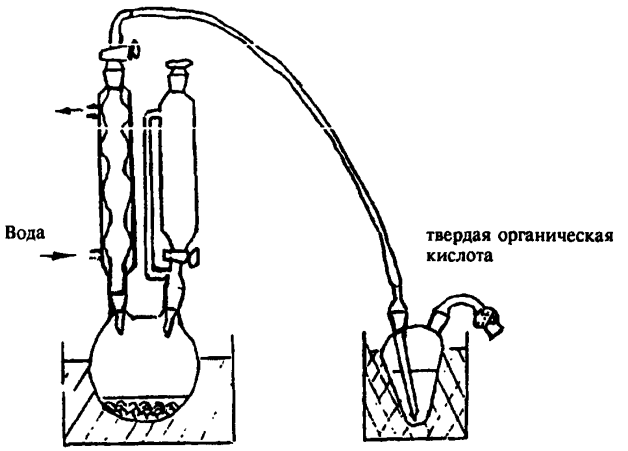


Рис. 1.

Стандартные растворы калиевой соли перметриновой кислоты в воде с концентрацией 0,25 мг/мл (раствор № 1), 0,0025 мг/мл (раствор № 2).

Стандартный раствор № 1 готовят растворением 0,36 г раствора калиевой соли перметриновой кислоты (70 %) в мерной колбе, вместимостью 1000 мл, водой.

Стандартный раствор № 2 готовят разбавлением 10 мл раствора № 1 в мерной колбе, вместимостью 1000 мл, водой дистиллированной. Стандартные растворы стабильны при хра-

нении в течение месяца в холодильнике в условиях, исключающих испарение растворителя.

Отбор пробы воздуха

Воздух с объемным расходом 0,5 л/мин аспирируют через два последовательно соединенных поглотительных прибора, содержащих по 5 мл 0,5 %-ного раствора КОН. Для определения 1/2 ОБУВ следует отобрать 10 литров воздуха. Отобранные в щелочной раствор пробы можно хранить в холодильнике в течение 3-х дней, избегая потерь растворителя.

Подоготовка к измерению

Для газохроматографического анализа используют готовый товарный носитель хроматон N-AW с 5 % SE-30. Хроматографическую колонку заполняют насадкой с подсоединением слабого вакуума. Достаточная плотность набивки обеспечивается равномерной загрузкой и непрерывным постукиванием по колонке. Колонку кондиционируют при скорости азота 30 л/мин в режиме программирования температуры 50—270 °С со скоростью нагрева 2 °С/мин, а затем в изотермическом режиме при 270 °С в течение 6—8 часов без подсоединения колонки к детектору. Общую подготовку прибора к работе проводят согласно инструкции. Градуировочные растворы с концентрацией калиевой соли перметриновой кислоты от 0,00025 мг/мл до 0,0025 мг/мл готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № 2 водой.

Таблица

№ стандарта	Стандартный раствор № 2 (0,0025 мг/мл), мл	0,5 %-ный раствор КОН, мл	Концентрация, мг/мл
0	0,0	10,0	0,00000
1	1,0	9,0	0,00025
2	2,0	8,0	0,00050
3	4,0	6,0	0,00100
4	8,0	2,0	0,00200
5	10,0	0,0	0,00250

Затем в градуировочные растворы добавляют соляной кислоты до pH = 2—3, трехкратно экстрагируют метиленхлоридом порциями по 10 мл. Экстракты сливают в круглодонную колбу

вместимостью 50 мл, растворитель упаривают на водяной бане при 60 °С и остаток подсушивают с помощью водоструйного насоса.

К сухому остатку приливают 1 мл эфирного раствора свежеприготовленного диазометана до появления устойчивой желтой окраски. Колбу закрывают притертой пробкой и оставляют на 10 мин при комнатной температуре. Избыток диазометана и растворитель упаривают досуха при комнатной температуре с помощью водоструйного насоса.

Сухой остаток растворяют в 10 мл гексана и 2 мкл этого раствора вводят через самоуплотняющуюся мембрану испарителя в хроматограф. На основании данных хроматограмм строится градуировочная кривая, выражающая зависимость высоты (мм) или площади ($мм^2$) пика от количества компонента (мкг, нг). В случае использования площади ее значение находится умножением высоты пика на его ширину, измеренную на половине высоты. Для построения градуировочной кривой используют 5 градуировочных растворов. Раствор каждой концентрации хроматографируется не менее 5-ти раз.

Условия хроматографирования градуировочных смесей и анализируемых проб:

Длина колонки, см	100
Внутренний диаметр колонки, мм	3
Насадка колонки	хроматон N-AW зернением 0,16—0,20 мм
Жидкая фаза	SE-30 в количестве 5 % (мас)
Температура, °С:	
колонки	140
испарителя	250
детектора	250
Скорость потока газа-носителя, мл/мин:	
в колонке	50
через детектор	150
Скорость диаграммной ленты, мм/ч	600
Шкала электрометра, а	16×10^{-10}
Объем вводимой пробы, мкл	2
Абсолютное время удерживания	1 мин 40 с

Проведение измерения

Содержимое поглотительных приборов сливают в делительную воронку, подкисляют соляной кислотой до pH = 2—3, а

затем пробы обрабатывают аналогично градуировочным растворам. Для анализа берут 2 мкл пробы, записывают хроматограмму, вычисляют площадь пика и по градуировочному графику находят содержание калиевой соли перметриновой кислоты. Подготовленные к анализу пробы хранению не подлежат (возможно хранение только сухого остатка в испарителе холодильника в течение суток).

Расчет концентрации

Концентрацию вещества «*С*» (в мг/м^3) вычисляют по формуле:

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

а – количество компонента, найденное по градуировочному графику, мкг;

б – объем пробы, отобранной для анализа, мл;

в – общий объем анализируемого раствора, мл;

V – объем воздуха, взятого для анализа и приведенного к стандартным условиям, л (см. приложение 1).

Методические указания разработаны ВНИИ химических средств защиты растений, г. Москва.

Приложение 1

Приведение объема воздуха к условиям по ГОСТу 12.1.016–79 (температура 20 °С, давление 760 мм рт. ст.)

Приведение объема воздуха к стандартным условиям проводят по следующей формуле:

$$V_{20} = \frac{V \cdot (273 + 20) \cdot P}{(273 + t) \cdot 101{,}33}, \text{ где}$$

V – объем воздуха, отобранного 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 воздуха к стандартным условиям надо умножить V на соответствующий коэффициент.

Приложение 2

Коэффициент К для приведения объема воздуха к условиям по ГОСТу 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	100,53/764	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	1,2038	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	1,0946	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	1,0635	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	1,0357
+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	0,9891	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
+38	0,9049	0,9099	0,9149	0,9198	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,9421	0,9471

Приложение 3

Вещества, определяемые по ранее утвержденным и опубликованным Методическим указаниям

Наименование вещества	Ссылка на опубликованные Методические указания
1. Аммония метаванадат	МУ на фотометрическое определение ванадия и его соединений в воздухе рабочей зоны. Вып. 1—5 (переизданный), М., 1981, с. 7
2. Вольфрама диселенид	МУ на фотометрическое определение вольфрама в воздухе рабочей зоны. Вып. 19, М., 1984, с. 13
3. Диэтилентриамина метилфенол (УП-583)	МУ на фотометрическое определение концентраций полиэтиленполиаминов, этилендиамина, диэтилентриамина в воздухе рабочей зоны. Вып. 22, М., 1988, с. 317
4. Диэтилентриамин моноцианэтилированный (аминный отвердитель 0633Н)	МУ на фотометрическое определение концентраций полиэтиленполиаминов, этилендиамина, диэтилентриамина в воздухе рабочей зоны. Вып. 22, М., 1988, с. 317
5. Этилендиамина метилфенол (агидол-АФ-2)	МУ на фотометрическое определение концентраций полиэтиленполиаминов, этилендиамина, диэтилентриамина в воздухе рабочей зоны. Вып. 22, М., 1988, с. 317
6. Железа оксид	МУ по полярографическому измерению концентраций железа в воздухе рабочей зоны. Вып. 23/1, М., 1988, с. 60
7. Кобальта диселенид	МУ на фотометрическое определение кобальта и его соединений в воздухе рабочей зоны. Вып. 1—5 (переизданный), М., 1981, с. 14
8. Липрин	МУ на фотометрическое определение БВК в воздухе рабочей зоны. Вып. 18, М., 1983, с. 139
9. Молибдена диселенид	МУ по полярографическому измерению концентрации молибдена в воздухе рабочей зоны. Вып. 19, М., 1984, с. 97
10. Ниобия диселенид	МУ на фотометрическое определение концентраций ниобия и его соединений в воздухе рабочей зоны. Вып. 28 (в печати).
11. Пыльца бабочек зерновой моли	МУ на фотометрическое определение БВК в воздухе рабочей зоны. Вып. 18, М., 1983, с. 139.
12. Полиамидное волокно «Армос»	МУ на гравиметрическое определение пыли в воздухе рабочей зоны, и в системах вентиляционных установок. М., 1981. с. 235 (переизданный сборник МУ вып. 1—5)
13. Пыль доменного шлака	МУ на гравиметрическое определение пыли в воздухе рабочей зоны, и в системах вентиляционных установок, М., 1981, с. 235 (переизданный сборник МУ вып. 1—5)

Продолжение приложения 3

Наименование вещества	Ссылка на опубликованные Методические указания
14. Метасол	МУ на гравиметрическое определение пыли в воздухе рабочей зоны, и в системах вентиляционных установок, М., 1981, с. 235 (переизданный сборник МУ вып. 1—5)
15. Сополимер акрилонитрила и 2-метил-5-винилпиридина (волокно ВИОН-АН-1)	МУ на гравиметрическое определение пыли в воздухе рабочей зоны, и в системах вентиляционных установок, М., 1981, с. 235 (переизданный сборник МУ вып. 1—5)
16. Соли неорганических кислот меди	МУ на фотометрическое определение меди в воздухе рабочей зоны. Вып. 1—5 (переизданный), М., 1981, с. 18
17. Смолы сланцевые дифенольные ДФК-8, ДФК-9, ДФК-АМ (контроль по ацетону)	МУ, вып. 1—5 (переизданный), М., 1981, с. 88
18. Фталат меди-свинца Фталат свинца Свинец-олово-теллур (контроль по свинцу)	МУ по полярографическому измерению концентраций свинца в воздухе рабочей зоны. Вып. 9, М., 1986, с. 139 МУ по измерению свинца в воздухе рабочей зоны методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии. Вып. 21, М., 1986, с. 168
19. 1,-(2,4,6-трихлорфенил)-3-аминопиразолон-5	МУ на фотометрическое определение концентраций компоненты 3П-24 Вып. 25, М., 1989, с. 182
20. Хлорсодержащие кремнийорганические соединения (алкильные) (контроль по HCl)	МУ на фотометрическое определение хлористого водорода в воздухе рабочей зоны. Вып. 1—5 (переизданный) М., 1981, с. 83
21. Хлорсодержащие кремнийорганические соединения (аррильные)	Методические указания на фотометрическое определение триэтоксисисилана и тетраэтоксисилана в воздухе рабочей зоны. Вып. 1—5 (переизданный) М., 1981, с.170
22. Цинка ацетат	МУ на фотометрическое определение цинка и его соединений в воздухе рабочей зоны. Вып. 1—5, (переизданный) М., 1981, с. 51.

Примечание.

В сборнике № 28 Методических указаний по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны, М., 1993, с. 285, автором методики контроля метакрилонитрила является РАМН Последипломного образования, а не Азербайджанский мединститут, как это ошибочно указано.

Редакционная коллегия этого сборника приносит авторам свои извинения.

Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Сборник методических указаний
МУК 4.1.100—96 - МУК 4.1.197—96
Выпуск № 29

Редактор Карнаухова А. А.
Технические редакторы Киселева Ю. А., Ломанова Е. В.

Подписано в печать 25.02.98

Формат 60x88/16. Печ. л. 27,0

Тираж 3000 экз. Заказ 6090

ЛР № 020877 от 20.05.94 г.

Министерство здравоохранения Российской Федерации
101431, Москва, Рахмановский пер., д. 3

Оригинал-макет подготовлен к печати
Информационно-издательским центром Минздрава России
125167, Москва, проезд Аэропорта, 11. Отдел реализации, тел. 198-61-01

Отпечатано с готового оригинал-макета в филиале Государственного ордена Октябрьской Революции, ордена Трудового Красного Знамени Московского предприятия «Первая Образцовая типография»
Комитета Российской Федерации по печати.
113114, Москва, Шлюзовая наб., 10

gost.e-ecolog.ru