МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

(переработанные и дополненные технические условия, выпуск № 10)

Москва – 1988 г.

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

(переработанные и дополненные технические условия, выпуск №10)

Москва-1988 г.

Методические указания по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и санитарных лабораторий промышленных предприятий 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 цель обеспечения контроля соответствия фактических концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны их предельно-допустимым концентрациям (ПДК)-санитарно-гигиеническим нормативам, утверждаемы Министерством здравоохранения СССР, оценки эффективности внедренных санитарно-гигиенических мероприятий, установления необходимости использования средств индивидуальной 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 12.1.005-76 "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" и одобрены Проблемной комиссией "Научные основы гигиены труда и профессиональной патологии". Методические указания являются обязательными при осуществлении вышеуказанного контроля.

Редакционная коллегия: Путилина О.Н., Бабина М.Д., Горская Р.В., Овечкин В.Г.

(Методические указания разрешается размножить в необходимом количестве экземпляров).

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного
государственного
санитарного врача СССР

А.И.ЗАИЧЕНКО

"30" марта 1988 г.

№ 4577-88

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ИЗОПРОПИЛОВОГО СПИРТА, ПРОПАНА, ГЕКСАНА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Основные физико-химические свойства веществ представлены в таблице II.

Таблица II

Физико-химические свойства веществ

Название вещества, структурная формула	М.м.	Плотность, г/см^3	Т.кип., ^oC	Давление насыщенных паров, мм рт.ст.	Растворимость в воде, %
Изопропиловый спирт $(CH_3)_2CHOH$	60,09	0,785	82,5	32,4	неограниченная
Пропан $CH_3(CH_2)_2CH_3$	44,09	0,500	-42,I	-	-
Гексан $CH_3(CH_2)_4CH_3$	86,I8	0,660	68,9	I2I,2	0,0I4

Изопропиловый спирт и гексан в воздухе находятся в виде паров; пропан - газ.

Изопропиловый спирт обладает наркотическим действием, раздражает слизистые оболочки глаз и верхних дыхательных путей. Пропан и гексан обладают наркотическим действием, пропан вызывает снижение кровяного давления.

ПДК изопропилового спирта в воздухе 10 мг/м , пропана и гексана - 300 мг/м^3 (в пересчете на углерод).

Характеристика метода

Метод основан на использовании газожидкостной хроматографии с применением пламенно-ионизационного детектора.

Отбор проб проводится без концентрирования.

Нижний предел измерения изопропилового спирта в хроматографируемом объеме пробы 0,005 мкг, пропана, гексана - 0,01 мкг.

Нижний предел измерения изопропилового спирта в воздухе 5 мг/м^3, пропана, гексана - 10 мг/м^3.

Диапазон измеряемых концентраций изопропилового спирта в воздухе от 5 до 50 мг/м^3, пропана, гексана - от 10 до 50 мг/м^3.

Измерению мешают ацетон, бензол; не мешают бутилацетат, ксилолы.

Суммарная погрешность измерения не превышает $\pm$ 6 %.

Время выполнения измерения, включая отбор проб, около 10 мин.

Приборы, аппаратура и посуда

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором.

Генератор водорода СГС-2.

Хроматографическая колонка из нержавеющей стали длиной 2 м, внутренним диаметром 3 мм.

Шприцы медицинские типа "Рекорд", ТУ 64-1-868-80, вместимостью 2 мл.

Микрошприцы МШ-1 и МШ-10, ГОСТ 8043-75.

Бутыли стеклянные вместимостью 20 л.

Пипетки газовые, ГОСТ 18954-78, вместимостью 200 мл.

Шприцы, ТУ 64-1-295-72, вместимостью 100-150 мл.

Линейка измерительная, ГОСТ 427-75.

Лупа измерительная, ГОСТ 8309-75.

Секундомер, ГОСТ 5072-79.

Реактивы, растворы и материалы

Изопропиловый спирт, ТУ 6-09-4522-77, хч.

Гексан, ТУ 6-09-4521-77, хч.

Пропан, ТУ 51-698-75.

Силиконовое масло ПМС-100, ТУ 6-09-06-224-73, для хроматографии - жидкая фаза.

Динохром Н, фракция 0,16-0,25 мм - твердый носитель.

Газообразные азот, ГОСТ 9293-74, водород, ГОСТ 3022-80 или электролитический, воздух, ГОСТ 11882-73, в баллонах с редукторами.

Отбор пробы воздуха

Исследуемый воздух отбирают в шприцы или газовые пипетки путем протягивания десятикратного объема в течение 5 мин. Пипетки (шприцы) закрывают стеклянными заглушками. Срок хранения пробы 3 часа.

Подготовка к измерению

Приготовление хроматографической колонки. Хроматографическую колонку заполняют готовым сорбентом (динохром Н с 15 % ПМС) под вакуумом. Заполненную колонку кондиционируют в токе азота при 150 °С в течение 8-10 часов. Общую подготовку прибора проводят согласно инструкции.

Для количественного определения содержания вещества применяют метод абсолютной калибровки. Для этого градуировочные паровоздушные смеси готовят путем внесения микрошприцем определенного количества анализируемого вещества в бутыль. Исходя из плотности вещества и вместимости бутыли рассчитывают концентрации веществ. Рабочие градуировочные смеси изопропилового спирта с кон-

центрациями от 5 до 50 мг/м^3 и гексана - от 10 до 50 мг/м^3 готовят в шприцах или газовых пипетках путем соответствующего разбавления исходной концентрации.

Градуировочные смеси пропана готовят в вакуумированных бутылях, газовых пипетках или шприцах путем разбавления концентрированного пропана воздухом. Рабочие смеси готовят с той же концентрацией, что и для гексана.

По 1 мл полученных смесей вводят в хроматограф через самоуплотняющуюся мембрану.

Условия хроматографирования градуировочных смесей и анализируемых проб:

Температура термостата колонок	70 °С
Температура испарителя	150 °С
Скорость потока газа-носителя (азота)	20 мл/мин
Скорость потока водорода	40 мл/мин
Скорость потока воздуха	300 мл/мин
Скорость движения диаграммной ленты	240 мм/ч
Чувствительность измерения	$10 \cdot 10^{-12}$ а
Время удерживания: пропана	48 с
изопропилового спирта	2 мин 36 с
гексана	4 мин 30 с

Измеряют площади или высоту (для пропана) пиков и строят градуировочные графики зависимости хроматографического параметра от количества введенного вещества (мкг). Построение градуировочного графика необходимо проводить по 5 точкам, проводя 5 параллельных определений для каждой концентрации. Проверка градуировочного графика проводится при изменении условий анализа, но не реже 1 раза в 3 месяца.

Проведение измерения

Пробы воздуха из газовой пипетки или шприца в количестве I мл вводят с помощью медицинского шприца в испаритель хроматографа. Записывают хроматограммы и измеряют площади и высоту (для пропана) пиков. По градуировочному графику находят количество исследуемого вещества.

Расчет концентрации

Концентрацию вещества "С" в воздухе (в мг/м^3) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \cdot 1000}{V}, \text{ где}$$

а - содержание вещества в анализируемом объеме пробы, найденное по градуировочному графику, мкг;

V - объем пробы воздуха, взятый для анализа, мл;

1000 - коэффициент пересчета.

Приложение I

Приведение объема воздуха к температуре 20 °С и давлению 760 мм рт.ст. проводят по следующей формуле:

$$V_{20} = \frac{V_t(273 + 20) \cdot P}{(273 + t^{o}) \cdot 101,33},$$

где V_t – объем воздуха, отобранный для анализа, л;

P – барометрическое давление, кПА (101,33 кПа = 760 мм рт.ст.);

t^{o} – температура воздуха в месте отбора пробы, °С.

Для удобства расчета V_{20} следует пользоваться таблицей коэффициентов (приложение 2). Для приведения объема воздуха к температуре 20 °С и давлению 760 мм рт.ст. надо умножить V_t на соответствующий коэффициент.

Коэффициент К для приведения объема воздуха к стандартным условиям

°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	1,1158	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
+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	0,9830	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	0,9391	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	0,9199	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,9421	0,9471

Приложение 3

Перечень учреждений, представивших методические указания по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны

№№ п/п	Методические указания	Учреждение, представившее методические указания
I	2	3
I.	Газохроматографическое измерение концентрации бутилового эфира 2,4-дихлорфеноксиуксусной кислоты	Белорусский НИ санитарно-гигиенический институт
2.	Газохроматографическое измерение концентраций винилацетата, этилацетата, пропилацетата, бутилацетата и амилацетата	ЦНИЛ газобезопасности, г.Куйбышев
3.	Газохроматографическое измерение концентраций гексилового и октилового спиртов	Новосибирский НИИ гигиены МЗ РСФСР
4.	Фотометрическое измерение концентрации гидроперекиси изопропилбензола	Московский НИИ гигиены им. Ф.Ф.Эрисмана
5.	Фотометрическое измерение концентрации глицидола	ЦНИЛ газобезопасности, г.Куйбышев.
6.	Измерение концентрации дибензилкетона методом тонкослойной хроматографии	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г.Тбилиси
7.	Газохроматографическое измерение концентраций 4,4-диметилдиоксана-I,3, изопрена, метанола, толуола	ЦНИЛ газобезопасности, г.Куйбышев
8.	Фотометрическое измерение концентрации 4,4-диметилдиоксана-I,3	Московский НИИ гигиены им. Ф.Ф.Эрисмана
9.	Фотометрическое измерение концентрации диоксида хлора	Институт Проектпромвентиляции, г.Москва
IO.	Фотометрическое измерение концентраций едких щелочей и карбоната натрия	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г.Донецк
II.	Газохроматографическое измерение концентрации изооктилового спирта	ВНИИ нефтехимических процессов, г.Ленинград
I2.	Газохроматографическое измерение концентраций изопропилового спирта, пропана, гексана	ЦНИЛ газобезопасности, г.Куйбышев

Продолжение приложения 3

I	2	3
13.	Полярографическое измерение концентраций меди, никеля и кобальта	Ленинградский Всесоюзный НИИ охраны труда
14.	Газохроматографическое измерение концентрации мезитилена	Ангарский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
15.	Фотометрическое измерение концентрации мезитилена	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г.Донецк
16.	Измерение концентрации метилбензилкетона методом тонкослойной хроматографии	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г.Тбилиси
17.	Измерение концентрации нитрита дициклогексиламина (ингибитора НДА) методом тонкослойной хроматографии	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г.Киев
18.	Фотометрическое измерение концентраций органических перекисей (трет-бутилперацетата, трет-бутилпербензоата, трет-бутилгидроперекиси, гидроперекиси изопропилбензола, гидроперекиси м-диизопропилбензола)	НИИ гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
19.	Фотометрическое измерение концетраций перекиси водорода и органических перекисей	ПО Оргсинтез, г.Казань
20.	Газохроматографическое измерение концентраций пропионовой, α-монохлорпропионовой (α-МХП) и α, α-дихлорпропионовой (α, α-ДХП) кислот	НиИ гигиены труда и профзаболеваний, г.Горький
21.	Фотометрическое измерение концентраций серной кислоты и диоксида серы	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г.Донецк Институт Проектпромвентиляции, г.Москва
22.	Фотометрическое измерение концентрации стеарата цинка	Филиал ВНИИ ХИМПРОЕКТ, г.Щекино Тульской обл.
23.	Газохроматографическое измерение концентраций трикрезола (смесь о-, м-, п-крезолов) и фенола	ВНИИ кабельной промышленности, г.Юрмала
24.	Газохроматографическое измерение концентраций уксусной кислоты и метанола	ЦНИЛ газобезопасности, г.Куйбышев
25.	Фотометрическое измерение концентрации уксусной кислоты	ВНИИОТ ВЦСПС, г.Ленинград

Продолжение приложения 3

I	2	3
26.	Газохроматографическое измерение концентраций углеводородов	ПО Оргсинтез, г. Казань
27.	Газохроматографическое измерение концентрации фенантрена	Белорусский НИ санитарно-гигиенический институт
28.	Газохроматографическое измерение концентрации формальдегида	ВНИИОТ, г. Свердловск
29.	Фотометрическое измерение концентрации фурфурилового спирта	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г. Донецк
30.	Газохроматографическое измерение концентрации фурфурилового спирта	- " -
31.	Газохроматографическое измерение концентраций фурфурола, метилфурфурола, фурфурилового, метилфурфурилового и тетрагидрофурфурилового спиртов	НПО ГИДРОЛИЗПРОМ, г. Ленинград
32.	Фотометрическое измерение концентрации циклогексана	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г. Донецк
33.	Фотометрическое измерение концентрации циклогексиламина	- " -
34.	Фотометрическое измерение концентраций хлорангидридов акриловой и метакриловой кислот и метакрилового ангидрида	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г. Горький
35.	Измерение концентрации хлорбензилкетона методом тонкослойной хроматографии	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г. Тбилиси
36.	Фотометрическое измерение концентрации этилцеллозольва	ЦНИЛ газобезопасности, г. Куйбышев
37.	Фотометрическое измерение концентраций бромида и иодида таллия	ВНИИОТ, г.Свердловск

СОДЕРЖАНИЕ

Стр.

I. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации бутилового эфира 2,4-дихлорфеноксиуксусной кислоты в воздухе рабочей зоны .. 3

2. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций винилацетата, этилацетата, пропилацетата, бутилацетата и амилацетата в воздухе рабочей зоны 8

3. Методические указания по фототурбидиметрическому измерению концентрации гексахлорбензола в воздухе рабочей зоны I3

4. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций гексилового и октилового спиртов в воздухе рабочей зоны I7

5. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации гидроперекиси изопропилбензола в воздухе рабочей зоны 22

6. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации глицидола в воздухе рабочей зоны

7. Методические указания по измерению концентрации дибензилкетона в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии 27

8. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 4,4-диметилдиоксана-I,3, изопрена, метанола, толуола в воздухе рабочей зоны .. 3I

9. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации 4,4-диметилдиоксана-I,3 в воздухе рабочей зоны 40

Стр.

10. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации диоксида хлора в воздухе рабочей зоны 44

11. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций едких щелочей и карбоната натрия в воздухе рабочей зоны 49

12. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации изобутилена в воздухе рабочей зоны 56

13. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации изооктилового спирта в воздухе рабочей зоны 61

14. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций изопропилового спирта, пропана, гексана в воздухе рабочей зоны 65

15. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации карбоната циклогексиламина в воздухе рабочей зоны 70

16. Методические указания по полярографическому измерению концентраций меди, никеля и кобальта в воздухе рабочей зоны 74

17. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации мезитилена в воздухе рабочей зоны 81

18. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации мезитилена в воздухе рабочей зоны 85

19. Методические указания по измерению концентрации метилбензилкетона в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии 89

Стр.

20. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации нитрита дициклогексиламина (ингибитора НДА) в воздухе рабочей зоны 93

21. Методические указания по измерению концентрации нитрита дициклогексиламина (ингибитора НДА) в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии . 98

22. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций органических перекисей (трет-бутилперацетата, трет-бутилпербензоата, трет-бутилгидроперекиси изопропилбензола, гидроперекиси м-диизопропилбензола) в воздухе рабочей зоны 103

23. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций перекиси водорода и органических перекисей в воздухе рабочей зоны 109

24. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций пропионовой, α-монохлорпропионовой (α-МХП) и α,α-дихлорпропионовой (α,α-ДХП) кислот в воздухе рабочей зоны 115

25. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций серной кислоты и диоксида серы в присутствии сульфатов в воздухе рабочей зоны 122

26. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации стеарата цинка в воздухе рабочей зоны 129

27. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций трикрезола (смесь о-, м-, п-крезолов) и фенола в воздухе рабочей зоны 133

28. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций уксусной кислоты и метано-

Стр.

ла в воздухе рабочей зоны 139

29. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации уксусной кислоты в воздухе рабочей зоны 144

30. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций углеводородов в воздухе рабочей зоны 148

31. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации фенантрена в воздухе рабочей зоны 154

32. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации формальдегида в воздухе рабочей зоны 159

33. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации фурфурилового спирта в воздухе рабочей зоны 165

34. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций фурфурилового спирта и фенола в воздухе рабочей зоны 169

35. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций фурфурола, метилфурфурола, фурфурилового, метилфурфурилового и тетрагидрофурфурилового спиртов в воздухе рабочей зоны 175

36. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации циклогексана в воздухе рабочей зоны 181

37. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации циклогексиламина в воздухе рабочей зоны 185

Стр.

38. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций хлорангидридов акриловой и метакриловой кислот и метакрилового ангидрида в воздухе рабочей зоны 192

39. Методические указания по измерению концентрации хлорбензилкетона в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии 198

40. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации хромата циклогексиламина в воздухе рабочей зоны 202

41. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации этилцеллозольва в воздухе рабочей зоны 206

42. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций бромида и иодида таллия в воздухе рабочей зоны..... 213

Приложение 1..... 219

Приложение 2..... 220

Приложение 3..... 221

Л-41220 от 20.04.82 г. п. л. 14,25 Зак. № 1563 Тир. 1000

Типография Министерства здравоохранения СССР