

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.

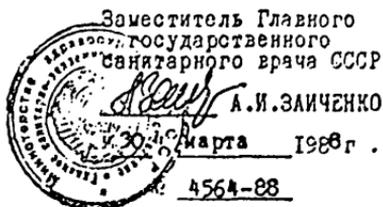
Методические указания разрабатываются и утверждаются с целью обеспечения контроля соответствия фактических концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны их предельно-допустимым концентрациям (ПДК)-санитарно-гигиеническим нормативам, утверждаемым Министерством здравоохранения СССР, оценки эффективности 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.

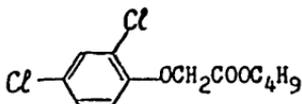
Редакционная коллегия: Путилина О.Н., Бабина М.Д.,
Горская Р.В., Овечкин В.Г.

(Методические указания разрешается размножить в необходимом количестве экземпляров).

УТВЕРЖДАЮ



МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ
БУТИЛОВОГО ЭФИРА 2,4-ДИХЛОРФЕНОКСИУКСУСНОЙ КИСЛОТЫ
В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



И.м. 277,2

Бутиловый эфир 2,4-дихлорфеноксиуксусной кислоты (бутил-2,4-дихлорфеноксиэтанат, БЭ 2,4-Д) - бесцветная жидкость, Т.пл. 9 °С, Т.кип. 146-147 °С при 1 мм рт.ст. Практически нерастворим в воде, хорошо растворим в большинстве органических растворителей. Давление насыщенных паров $8,86 \cdot 10^{-6}$ мм рт. ст. при 25 °С.

В воздухе находится в виде паров и аэрозоля.

БЭ 2,4-Д оказывает раздражающее действие на слизистые оболочки глаз.

ПДК БЭ 2,4-Д в воздухе 0,5 мг/м³.

Характеристика метода

Метод основан на использовании газо-жидкостной хроматографии с применением электронно-захватного детектора.

Отбор проб проводится с концентрированием на фильтр и в этиловый спирт.

Нижний предел измерения БЭ 2,4-Д в хроматографируемом объеме раствора 0,5 мг.

Нижний предел измерения БЭ 2,4-Д в воздухе 0,1 мг/м³ (при отборе 10 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций БЭ 2,4-Д в воздухе от 0,1 до 2,0 мг/м³.

Измерению не мешают другие эфиры 2,4-дихлорфеноксиуксусной кислоты.

Суммарная погрешность измерения не превышает $\pm 10\%$.

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

Приборы, аппаратура и посуда

Хроматограф с электронно-захватным детектором.

Колонка стеклянная длиной 1 м, диаметром 35 мм.

Аспирационное устройство.

Фильтродержатели.

Поглотительные сосуды с пористой пластинкой № 1.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, вместимостью 25, 50 мл.

Градуированные пробирки со шлифом, ГОСТ 1770-74, вместимостью 10-15 мл.

Микрошприц ИШ-10М, ГОСТ 8043-75.

Линейка измерительная, ГОСТ 427-75.

Секундомер, ГОСТ 5072-79.

Реактивы, растворы и материалы

Бутиловый эфир 2,4-дихлорфеноксиуксусной кислоты, ч.

Этиловый спирт для хроматографии, ТУ 6-09-1710-77, хч или этиловый спирт, ГОСТ 5963-67, 95% раствор.

Хроматон N-AW-ДКС, фракция 0,2-0,25 мм, пропитанный 5%

метилсиликоном SE-30, "Хемапол" (ЧССР) – насадка хроматографической колонки.

Газообразный азот, ГОСТ 9293-74, осуш., в баллонах с редуктором.

Фильтры АФА-ВП-10 или АФА-ВП-20.

Стандартный раствор № I БЭ 2,4-Д готовят в мерной колбе на 25 мл. Взвешивают колбу с 5-10 мл этилового спирта, вносят 1-2 капли вещества, колбу закрывают пробкой и снова взвешивают. По разности взвешиваний определяют навеску вещества. Раствор в колбе доводят до метки этиловым спиртом, вычисляют содержание вещества в 1 мл раствора.

Стандартный раствор № 2 с содержанием БЭ 2,4-Д 10 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № I этиловым спиртом. Растворы устойчивы в течение месяца при хранении в холодильнике.

Отбор пробы воздуха

Воздух с объемным расходом 2 л/мин аспирируют через последовательно соединенные аэрозольный фильтр и поглотительный сосуд с пористой пластинкой, содержащий 10 мл этилового спирта. Поглотительный сосуд охлаждают смесью льда с хлоридом натрия. Для определения 1/2 ПДК достаточно отобрать 4 л воздуха. Пробы можно хранить в холодильнике в течение месяца.

Подготовка к измерению

Приготовление хроматографической колонки.

Стеклянную хроматографическую колонку заполняют под вакуумом готовой насадкой – хроматом N-AW-DMCS (0,2-0,25 мм), пропитанный 5 % метилсиликоном SE-30. Колонку кондиционируют 20 часов потоком газа-носителя при температуре 230 °С.

Количественный анализ вещества проводят методом абсолютной калибровки. Для этого градуировочные растворы с содержанием измеряемого вещества от 0,1 до 2,0 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № 2 этиловым спиртом. Градуировочные растворы устойчивы в течение 2-х недель при хранении в холодильнике.

5 мкл каждого градуировочного раствора БЭ 2,4-Д вводят через самоуплотняющуюся мембрану в хроматограф.

Условия хроматографирования градуировочных растворов и анализируемых проб:

Температура термостата колонок	190 °С
Температура испарителя	250 °С
Температура термостата детектора	230 °С
Скорость потока газа-носителя	80 мл/мин
Скорость движения диаграммной ленты	600 мм/ч
Время удерживания БЭ 2,4-Д	3 мин

Измеряют высоту пика и строят градуировочную кривую, выражающую зависимость высоты пика (мм) от концентрации компонента (мкг/мл). 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

Этиловый спирт из поглотительного сосуда сливают в пробирку на 10 мл с пришлифованной пробкой, туда же помещают аэрозольный фильтр после отбора пробы и встряхивают пробирку в течение 5 минут. 5 мкл спиртового раствора вводят в хроматограф через самоуплотняющуюся мембрану. Записывают хроматограмму, вычисляют высоту пика и по градуировочному графику находят количество измеряе-

мого БЭ 2,4-Д.

Расчет концентрации

Концентрацию БЭ 2,4-Д "С" в воздухе (в мг/м³) вычисляют по формуле:

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

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

в - общий объем раствора пробы, мл;

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

Приложение I

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

$$V_{20} = \frac{V_t(273 + 20) \cdot P}{(273 + t^0) \cdot 101,33} ,$$

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

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

t^0 - температура воздуха в месте отбора проб, °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 K для приведения объема воздуха к стандартным условиям

Давление P, кПа/мм рт.ст.

°C	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	I,1582	I,1646	I,1709	I,1772	I,1836	I,1899	I,1963	I,2026	I,2058	I,2122
-28	I,1593	I,1656	I,1719	I,1781	I,1844	I,1905	I,1968	I,1831	I,1862	I,1925
-22	I,1212	I,1274	I,1336	I,1396	I,1458	I,1519	I,1581	I,1643	I,1673	I,1735
-18	I,1036	I,1097	I,1158	I,1218	I,1278	I,1338	I,1399	I,1400	I,1490	I,1551
-14	I,0986	I,0926	I,0986	I,1045	I,1105	I,1164	I,1224	I,1284	I,1313	I,1373
-10	I,0701	I,0760	I,0819	I,0877	I,0986	I,0994	I,1053	I,1112	I,1141	I,1200
-6	I,0540	I,0599	I,0657	I,0714	I,0772	I,0829	I,0887	I,0945	I,0974	I,1032
-2	I,0385	I,0442	I,0499	I,0556	I,0613	I,0669	I,0726	I,0784	I,0812	I,0869
0	I,0309	I,0366	I,0423	I,0477	I,0535	I,0591	I,0648	I,0705	I,0733	I,0789
+2	I,0234	I,0291	I,0347	I,0402	I,0459	I,0514	I,0571	I,0627	I,0655	I,0712
+6	I,0087	I,0143	I,0198	I,0253	I,0309	I,0363	I,0419	I,0475	I,0502	I,0557
+10	0,9944	0,9999	I,0054	I,0108	I,0162	I,0216	I,0272	I,0326	I,0353	I,0407
+14	0,9806	0,9860	0,9914	0,9967	I,0027	I,0074	I,0128	I,0183	I,0209	I,0263
+18	0,9671	0,9725	0,9778	0,9830	0,9884	0,9936	0,9989	I,0043	I,0069	I,0122
+20	0,9605	0,9658	0,9711	0,9783	0,9816	0,9868	0,9921	0,9974	I,0000	I,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	0,9199	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
1	2	3
1.	Газохроматографическое измерение концентрации бутилового эфира 2,4-дихлорфеноксиуксусной кислоты	Белорусский НИ санитарно-гигиенический институт
2.	Газохроматографическое измерение концентрации винилацетата, этилацетата, пропилацетата, бутилацетата и амил-ацетата	ЦНИЛ газобезопасности, г.Куйбышев
3.	Газохроматографическое измерение концентраций гексилового и октилового спиртов	Новосибирский НИИ гигиены ИЗ 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-1,3, изопрена, метанола, толуола	ЦНИЛ газобезопасности, г.Куйбышев
8.	Фотометрическое измерение концентрации 4,4-диметилдиоксана-1,3	Московский НИИ гигиены им. Ф.Ф.Эрисмана
9.	Фотометрическое измерение концентрации диоксида хлора	Институт Проектпром-вентиляции, г.Москва
10.	Фотометрическое измерение концентраций едких щелочей и карбоната натрия	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г.Донецк
11.	Газохроматографическое измерение концентрации изооктилового спирта	ВНИИ нефтехимических процессов, г.Ленинград
12.	Газохроматографическое измерение концентраций изопропилового спирта, пропана, гексана	ЦНИЛ газобезопасности, г.Куйбышев

Продолжение приложения 3

1	2	3
13.	Полярнографическое 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 дициклогексилamina (ингибитора НДА) методом тонкослойной хроматографии	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г.Киев
18.	Фотометрическое измерение концентраций органических перекисей (трет-бутилперцетата, трет-бутилпербензоата, трет-бутилгидроперекиси, гидроперекиси изопропилбензола, гидроперекиси <i>m</i> -диизопропилбензола)	НИИ гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
19.	Фотометрическое измерение концентраций 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 Проектпромышленности, г.Москва
22.	Фотометрическое измерение концентрации стеарата цинка	Филиал ВНИИ ХИМПРОЕКТ, г.Щекино Тульской обл.
23.	Газохроматографическое измерение концентраций трикрезола (смесь <i>o</i> -, <i>m</i> -, <i>p</i> -крезолов) и фенола	ВНИИ кабельной промышленности, г.Юрмала
24.	Газохроматографическое измерение концентраций уксусной кислоты и метанола	ИНИЛ газобезопасности, г.Куйбышев
25.	Фотометрическое измерение концентрации уксусной кислоты	ВНИИОТ ВЦСПС, г.Ленинград

Продолжение приложения 3

1	2	3
26. Газохроматографическое измерение концентраций углеводов	ПО Сргсинтез, г. Казань	
27. Газохроматографическое измерение концентрации фенантрена	Белорусский НИ санитарно-гигиенический институт	
28. Газохроматографическое измерение концентрации формальдегида	ВНИИОТ, г. Свердловск	
29. Фотометрическое измерение концентрации фурфуролового спирта	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г. Донецк	
30. Газохроматографическое измерение концентрации фурфуролового спирта	- " -	
31. Газохроматографическое измерение концентраций фурфуурола, метилфурфуурола, фурфуролового, метилфурфуролового и тетрагидрофурфуролового спиртов	НПО ГИДРОЛИЗПРОМ, г. Ленинград	
32. Фотометрическое измерение концентрации циклогексана	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г. Донецк	
33. Фотометрическое измерение концентрации циклогексидина	- " -	
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 бромидов и иодидов таллия	ВНИИОТ, г. Свердловск	

СО Д Е Р Ж А Н И Е

	Стр.
1. 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	13
4. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций гексилового и октилового спиртов в воздухе рабочей зоны	17
5. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации гидроперекиси изопренилбензола 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-1,3, изопрена, метанола, толуола в воздухе рабочей зоны ..	31
9. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации 4,4-диметилдиоксана-1,3 в воздухе рабочей зоны	40

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

20. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации нитрита дициклогексилamina (ингибитора НДА) в воздухе рабочей зоны	93
21. Методические указания по измерению концентрации нитрита дициклогексилamina (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 -ХП) 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 фурфуролового спирта в воздухе рабочей зоны	165
34. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций фурфуролового спирта и фенола в воздухе рабочей зоны	169
35. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций фурфурола, метилфурфурола, фурфуролового, метилфурфуролового и тетрагидрофурфуролового 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 циклогексилamina в воздухе рабочей зоны	186

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 этилцеллозолва в воздухе рабочей зоны	206
42. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций брома и иодида таллия в воздухе рабочей зоны	213
Приложение 1	219
Приложение 2	220
Приложение 3	221

Л - 41220 от 20.04.85 п. л. 14.25 Зак. № 1563 Тир. 1000