

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ
ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ**

Выпуск XXII

Часть II

Москва - 1988

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ
ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ**

Выпуск XXII

Часть II

Москва - 1988

Аннотация.

Методические указания по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны предназначены для работников 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 разработаны и утверждены с целью обеспечения контроля соответствия фактических концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны к 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.

Включенные в данный выпуск Методические указания подготовлены в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005-88 "ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны" и ГОСТ 12.1.016-79 "ССБТ. Воздух рабочей зоны. Требования к методам измерения концентрации вредных веществ" и одобрены Проблемной комиссией "Научные основы гигиены труда и профессиональной патологии". Методические указания являются обязательными при осуществлении вышеуказанного контроля.

Редакционная коллегия: Е.К.Прохорова, Л.А.Гребенникова,
З.В.Зайцева, А.Г.Осипова, Г.А.Дьякова,
Р.И.Машедонская, В.Г.Овечкин

Методические указания разрешается размножить в необходимом количестве экземпляров.

УТВЕРЖДАЮ

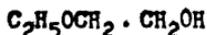
Заместитель Главного государственного санитарно-эпидемиологического врача СССР

А.И.Зайченко

21 декабря 1987 г.

№ 458

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ЭТИЛЦЕЛЛОВОЛЬВА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



М.м.90,12

Этилцелловольв (2-этоксизтанол) – бесцветная жидкость с $T_{кип.}$ 134,8°C, хорошо растворима в воде, этаноле, эфире.

В воздухе находится в виде паров.

Пары обладают слабым наркотическим и раздражающим действием.

ПДК 10 мг/м³.

ХАРАКТЕРИСТИКА МЕТОДА

Метод основан на использовании газожидкостной хроматографии на приборе с пламенно-ионизационным детектором.

Отбор проб проводят с концентрированием на твердый сорбент.

Нижний предел измерения в хроматографируемом объеме 0,02 мкг.

Нижний предел измерения в воздухе 5 мг/м³ (при отборе 4 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций вещества в воздухе от 5 мг/м³ до 50 мг/м³.

Измерению не мешают хлорбензол, сольвент, трикрезол.

Суммарная погрешность измерения не превышает $\pm 5\%$.

Время выполнения измерения включая отбор проб около 30 мин.

ПРИБОРЫ, АППАРАТУРА, ПОСУДА

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором.

Хроматографические колонки из нержавеющей стали (2м x 3мм).

Аспирационное устройство.

Микрошприц МШ-10, ГОСТ 8043-74, вместимость 10 мкл.

Секундомер, ГОСТ 5072-79.

Набор сит "Физприбор" ТУ 2609-262-69.

Стеклянные концентрационные трубки длиной 120 мм и диаметром 8 мм, заполненные по 0,5 г молекулярными ситами 4А, закрытые с обеих концов стекловатой и заглушками.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, вместимость 25 мл.

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

Муфельная печь.

РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ И МАТЕРИАЛЫ

Этилцеллозольв, х.ч.

Стандартный раствор этилцеллозолява № 1 готовят в мерной колбе, вместимость 25 мл. Для этого в колбу вносят 5-10 мл дистиллированной воды и взвешивают. Добавляют 2-3 капли вещества, взвешивают вторично и доводят объем жидкости до метки водой. По разности между двумя взвешиваниями определяют навеску этилцеллозолява и рассчитывают его содержание в 1 мл раствора. Стандартный раствор № 2 с концентрацией 0,2 мг/мл готовят соответствующим разбавлением водой стандартного раствора № 1. Растворы устойчивы

в течение 3-х суток.

Насадка хроматографической колонки - инертон А -НМД с 10% карбовакса 20 М, фракция 0,25-0,315 мм. Ц

Цеолиты - молекулярные сита 4А, зернение 0,25 мм.

Газообразные азот, ГОСТ 9293-79, водород, ГОСТ 3022-80, воздух, ГОСТ 11882-79, в баллонах с редукторами.

ОТБОР ПРОБЫ ВОЗДУХА

Воздух с объемным расходом 0,5 л/мин аспирируют через концентрационную трубку, заполненную молекулярными ситами 4А. Концентрационные трубки после отбора закрывают стеклянными заглушками. Для измерения 0,5 ПДК следует отобрать 4 л воздуха.

Срок хранения отобранных проб 3 суток.

ПОДГОТОВКА К ИЗМЕРЕНИЮ

Хроматографическую колонку заполняют насадкой с помощью вакуума и механической вибрации. кондиционируют при 180°C в течение 20 часов в токе азота, после чего подсоединяют к детектору.

Градуировочные растворы с содержанием этилцеллозоля от 0,02 до 0,2 мг/мл готовят соответствующим разбавлением дистиллированной водой стандартного раствора в 2.

По 1 мл каждого градуировочного раствора вводят в хроматограф через самоуплотняющуюся мембрану.

На основании полученных хроматограмм, строят градуировочный график, выражающий зависимость площади пиков (мм^2) от количества компонента (мкг). График строят не менее, чем по шести точкам, проводя пять параллельных измерений для каждой концентрации.

**УСЛОВИЯ ХРОМАТОГРАФИРОВАНИЯ ГРАДУИРОВОЧНЫХ
СМЕСЕЙ И АНАЛИЗИРУЕМЫХ ПРОБ:**

Температура термостата колонки	110°С
Температура испарителя	200°С
Скорость потока газа-носителя (азота)	30 мл/мин
Скорость потока водорода	40 мл/мин
Скорость потока воздуха	300 мл/мин
Скорость движения диаграммной ленты	200 мл/мин
Время удерживания этилцеллозольва	8 мин.40 с.

ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

После отбора пробы воздуха сорбент высыпает из концентрационной трубки и заливает 1 мл дистиллированной воды. Затем после пятиминутной экстракции и отстаивания микрошприцем отбирают 1 мл пробы и вводят в испаритель хроматографа. Записывают хроматограмму, вычисляют площадь пика и по градуировочному графику находят количество определяемого компонента. Степень десорбции этилцеллозольва с сорбента 96%.

РАСЧЕТ КОНЦЕНТРАЦИИ

Концентрацию в воздухе в мг/м³ (С) вычисляют по формуле:

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

а - количество вещества, найденное по градуировочному графику, мкг;

в - общий объем раствора пробы, мл;

б - объем раствора, взятый для анализа, мл;

\sqrt{v} - объем воздуха (л), отобранный для анализа, приведенный к стандартным условиям (см. Приложение I).

ПРИЛОЖЕНИЕ I

Справочное

Приведение объема воздуха к условиям по ГОСТ 12,1.016-79 (температура 20°C, давление 760 мм рт.ст.) проводят по следующей формуле:

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

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°C и к давлению 760 мм рт.ст. надо умножить V_t на соответствующий коэффициент.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

Справочное

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

404

°C	Давление P, 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	1,0936	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	0,9763	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	0,9555	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

ПЕРЕЧЕНЬ ОРГАНИЗАЦИЙ, ПРЕДСТАВИВШИХ МЕТОДИЧЕСКИЕ
УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

№ п/п	Методические указания	Организация, представившая методические указания
1.	Фотометрическое измерение аллил-хлорформата в воздухе рабочей зоны	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г. Горький
2.	Ионометрическое измерение аммиака в воздухе рабочей зоны	НИИУФ НПО "Минудобрения" и ВЦНИИОТ ВЦСПС, г. Москва
3.	Газохроматографическое измерение алифатических спиртов C ₁ -C ₈ в воздухе рабочей зоны	НИИГТИПЗ, г. Москва
4.	Газохроматографическое измерение ацетальдегида и винилацетата в воздухе рабочей зоны	НИИГТИПЗ, г. Москва
5.	Газохроматографическое измерение бензилового спирта, бензиацетата и бензальдегида в воздухе рабочей зоны	Областная СЭС, г. Иваново
6.	Фотометрическое измерение бензоата монобэтаноламина (ингибитора БМЭА) в воздухе рабочей зоны	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г. Киев
7.	Газохроматографическое измерение бензола, толуола и п-ксилола в воздухе	ВЦНИИОТ ВЦСПС, г. Москва
8.	Газохроматографическое измерение бензина и этилацетата в воздухе рабочей зоны с применением пассивных дозиметров	НИИГТИПЗ, г. Москва
9.	Измерение 3,4-бензпирена методом жидкостной хроматографии в воздухе рабочей зоны	НИИГТИПЗ, г. Москва

Продолжение

№ п/п	Методические указания	Организация, представившая методические указания
10.	Фотометрическое измерение ванадия и его соединений в воздухе рабочей зоны	ВНИИОТ ВЦСПС, г.Москва и ВНИИТБчермет, г.Челябинск
11.	Газохроматографическое измерение винилфосфата в воздухе рабочей зоны	ВНИИХСЭР, г.Москва
12.	Фотометрическое измерение гексабромбензола в воздухе рабочей зоны	ВНИИГИНТОКС, г.Киев
13.	Хроматографическое измерение гексаметилендиамина в воздухе рабочей зоны	НИИГТИПЗ, г.Тбилиси
14.	Хроматографическое измерение гексаметилендиаммонийсебацината в воздухе рабочей зоны	НИИГТИПЗ, г.Тбилиси
15.	Фотометрическое измерение диборана в воздухе рабочей зоны	НИИ гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
16.	Газохроматографическое измерение диизопропилфосфита в воздухе рабочей зоны	ВНИИХСЭР, г.Москва
17.	Измерение диизопропилфосфата аммония методом тонкослойной хроматографии в воздухе рабочей зоны	Медицинский институт, г.Львов
18.	Фотометрическое измерение дихлоркарбонновых кислот в воздухе рабочей зоны	Областная СЭС, г.Караганда
19.	Газохроматографическое измерение 0,0-диметил-2,2-дихлорвинилфосфата (дихлорфос, ДДВФ) в воздухе рабочей зоны	НИИГТИПЗ, г.Москва
20.	Фотометрическое измерение диамта-5 в воздухе рабочей зоны	Областная СЭС, г.Караганда

	Продолжение
п/п	Организация, представившая методические указания
21.	Методические указания по измерению дикетона методом тонкослойной хроматографии в воздухе рабочей зоны
22.	ВНИИ гербицидов и регуляторов роста растений, г.Уфа
23.	Газохроматографическое измерение β, β -диметилакриловой кислоты и этилового эфира β, β -диметилакриловой кислоты в воздухе рабочей зоны
24.	Университет Друбы народов им.П.Лумумбы, г.Москва
25.	Фотометрическое измерение диметилпиперазина в воздухе рабочей зоны
26.	Филиал НИХФИ, Московская обл., Купавина
27.	Фотометрическое измерение диметилциклогексимида в воздухе рабочей зоны
28.	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г.Горький
29.	Газохроматографическое измерение α, α -дихлор-п-хлортолуола (п-хлорбензилдихлорида) и α -хлор- α, α -дифтор-п-хлортолуола (п-хлорбензодифторхлорида) в воздухе рабочей зоны
30.	НИИГТИЗ, г.Москва
31.	Газохроматографическое измерение диметиленгликоля и моноэтилового эфира триэтиленгликоля в воздухе рабочей зоны
32.	Филиал ГосНИИХлорпроект, г.Киев
33.	Измерение изопропаноламинов методом тонкослойной хроматографии в воздухе рабочей зоны
34.	НИИ гигиены труда и профзаболеваний г.Киев
35.	Фотометрическое измерение ингибитора ДПО-1 в воздухе рабочей зоны
36.	Медицинский институт, г.Рига
37.	Фотометрическое измерение ингибитора НК-Л-49 в воздухе рабочей зоны
38.	НИИ гигиены труда и профзаболеваний г.Киев
39.	Измерение ингибитора НК-5 методом тонкослойной хроматографии в воздухе рабочей зоны
40.	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г.Киев

Продолжение

№ п/п	Методические указания	Организация, представившая методические указания
31.	Полярографическое измерение оксида индия в воздухе рабочей зоны	Первый Московский медицинский институт им.Сеченова
32.	Измерение сульфата калия, калийной магнезии, и хлорида калия методом пламенной фотометрии в воздухе	Первый Московский медицинский институт им.Сеченова
33.	Фотометрическое измерение карбонидов П4 и П3 в воздухе рабочей зоны	Белорусский ГИСанитарно-гигиенический институт, г.Минск
34.	Фотометрическое измерение лизина в воздухе рабочей зоны	ВИИБиотехника, г.Москва
35.	Атомно-абсорбционное измерение лиминофора ФЛД-605 в воздухе рабочей зоны	ВНИИлюминофоров, г.Ставрополь
36.	Фотометрическое измерение метилморфолиноксида в воздухе рабочей зоны	НИИГТяПЗ, г.Москва
37.	Фотометрическое измерение мафенида ацетата в воздухе рабочей зоны	Купавинский филиал. НИИОИ, Московская обл.
38.	Фотометрическое измерение N-нитробензолхлорида в воздухе рабочей зоны	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г.Харьков
39.	Фотометрическое измерение 1,2-пропиленгликоля в воздухе рабочей зоны	НИИГТяПЗ, г.Москва
40.	Газохроматографическое измерение изо-пропилового, н-бутилового и дицетилового спиртов в воздухе рабочей зоны	ВНИИОТ ВАСП, г.Москва
41.	Газохроматографическое измерение изо-пропилового спирта и диизо-пропилового эфира в воздухе рабочей зоны	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г.Сумгаит

№ п/п	Методические указания	Продолжение
42.	Газохроматографическое измерение ПМШ (перхлор-4-метилениклопен-тен) в воздухе рабочей зоны	Организация, представившая методические указания ВНИТИ гербицидов и регулято-ров роста растений, г.Уфа
43.	Измерение рицида П методом тонко-слойной хроматографии в воздухе рабочей зоны	Медицинский институт, г.Львов
44.	Газохроматографическое измерение рицида П в воздухе рабочей зоны	ВНИИЭСР, г.Москва
45.	Атомно-абсорбционное измерение неорганических соединений ртути в воздухе рабочей зоны	ЦОЛИУВ, г.Москва
46.	Атомно-абсорбционное измерение серебра и его соединений в воздухе рабочей зоны	ЦОЛИУВ, г.Москва
47.	Газохроматографическое измерение себациновой кислоты в воздухе рабочей зоны	НИИТыпЭ, г.Тбилиси
48.	Фотометрическое измерение сульфалена в воздухе рабочей зоны	Филиал ВНИИФИ, Московская обл., Купавна
49.	Полярнографическое измерение селенида цинка в воздухе рабочей зоны	Государственный Университет г. Москва.
50.	Атомно-абсорбционное измерение термолыминофора Т-440 в воздухе рабочей зоны	ВНИИлыминофоров, г.Ставрополь
51.	Газохроматографические измерения Δ-тетрагидрофталевое ангидрида, N-оксиметилтетрагидрофталмида в воздухе рабочей зоны	Университет Дружбы народов им.П.Лушумбы, г.Москва
52.	Титриметрическое измерение тиосульфата аммония в воздухе рабочей зоны	НИИ общей гигиены и профзаболеваний, г.Ереван

Продолжение

п/п <u>Методические указания</u>	Организация, представляющая <u>методические указания</u>
53. Измерение трициклогексилдиоксида методом тонкослойной хроматографии в воздухе рабочей зоны	Филиал ВНИИ гигиены и токсикологии пестицидов, полимеров и пластических масс, г. Брест
54. Измерение трициклогексилдиоксида и дициклогексилдиоксида методом тонкослойной хроматографии в воздухе рабочей зоны	" " "
55. Фотометрическое измерение тюрпама ЭСР в воздухе рабочей зоны	НИИ резины, г. Москва
56. Фотометрическое измерение формальдегида в воздухе рабочей зоны	ВЦНИИОТ ВЦСПС, г. Москва
57. Фотометрическое измерение формальдегида и метанола в воздухе рабочей зоны	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г. Донецк и НИИ гигиены им. Ф.Ф. Эрисмана, Московская область
58. Газохроматографическое измерение продуктов термодеструкции фенол-оформальдегидных смол (метанола, бензола, толуола, м-ксилола, фенола, о-ип-крезолов, 2,4- и 2,6-ксиленолов) в воздухе рабочей зоны	ВНИИОТ, г. Свердловск
59. Газохроматографическое измерение хлористого цетила и этила в воздухе рабочей зоны	Химзавод, г. Данков
60. Спектрографическое измерение хлорплатината аммония и хлорпалладозамина в воздухе рабочей зоны	ПОЛИУВ, Москва
61. Газохроматографическое измерение трициклогексанона и циклогексанола в воздухе рабочей зоны	НИИ гигиены им. Ф.Ф. Эрисмана, Московская область

Продолжение

п/п	Методические указания	Организация, представившая методические указания
62.	Газохроматографическое измерение циклогексанола и метилизобутилкетона в воздухе рабочей зоны	НИИ гигиены им.Ф.Ф.Эрисмана, Московская обл.
63.	Фотометрическое измерение эритромицина в воздухе рабочей зоны	ВНИИ антибиотиков, г.Москва
64.	Фотометрическое измерение этилендиамина и полиэтиленполиаминов в воздухе рабочей зоны	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г.Донецк
65.	Газохроматографическое измерение эпихлоргидрина в воздухе рабочей зоны	ВНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
66.	Газохроматографическое измерение этилцеллозольва в воздухе рабочей зоны	НИИГТИЗ, г.Москва
67.	Газохроматографическое измерение ЭФ-2 (3,3-дихлорбенцикло /2,2,1/-гепт-5ен-2спиро/2(4-5-дихлор-4 циклопентен 1-3-дион/ в воздухе рабочей зоны	ВНИИ гербицидов и регуляторов роста растений, г.Уфа
68.	Фотометрическое измерение β-аланина в воздухе рабочей зоны	НИИ ГТИЗ, г.Москва