

Информационно-издательский центр
Госкомсанэпиднадзора Российской Федерации

**Методические указания
по измерению
концентраций вредных
веществ в воздухе
рабочей зоны**

Выпуск 26

Москва • 1992

**Информационно-издательский центр
Госкомсанэпиднадзора Российской Федерации**

**Методические указания
по измерению
концентраций вредных
веществ в воздухе
рабочей зоны**

Выпуск 26

Москва • 1992

Методические указания по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны (выпуск 26) предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и санитарных лабораторий промышленных предприятий при осуществлении контроля за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны, а также НИИ Министерства здравоохранения Российской Федерации и других заинтересованных министерств и ведомств. Включенные в данный сборник Методические указания подготовлены в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005—88 "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", одобрены Проблемной комиссией "Научные основы гигиены труда и профпатологии", утверждены МЗ СССР 28.9.1989 г.

Методические указания разработаны и утверждены с целью обеспечения контроля соответствия фактических концентраций вредных веществ их предельно-допустимым концентрациям /ПДК/ - санитарно-гигиеническим нормативам и являются обязательными при осуществлении санитарного контроля.

Методические указания являются действующими в соответствии с постановлением Госкомитета РСФСР Санэпиднадзора от 6.02.92 № 1 "О порядке действия на территории Российской Федерации нормативных актов бывшего Союза ССР в области санэпидблагополучия населения".

*Сборник подготовили: Муравьева С.И.,
Бабина М.Д., Дьякова Г.А.*

*Ответственные редакторы:
Антонов Н.М., Мартынова Н.В.,
Подольский В.М.*

Содержание

Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций аллапинина в воздухе рабочей зоны (НИИ химии АН Узбекистана, г. Ташкент)	8
Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций ацетона в воздухе рабочей зоны (Санкт-Петербургский ВНИИОТ)	11
Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций бензина-растворителя (БР-1, БР-2), топливного (авиационного, сланцевого) в воздухе рабочей зоны (НИИ ГТиПЗ Российской АМН, г. Москва)	15
Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций бензина, синтезированного в воздухе рабочей зоны (НИИ ГТиПЗ Российской АМН, г. Москва)	20
Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 3-бромбензальдегида (3-ББА), 3-феноксibenзальдегида (3-ФБА) и 3-феноксibenзилового спирта (3-ФБС) в воздухе рабочей зоны (Университет дружбы народов им. П. Лумумбы, г. Москва)	27
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций диацетамид хлорида цинка в воздухе рабочей зоны (НИИ химии АН Узбекистана, г. Ташкент)	32
Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 1, 1-дихлор-3, 3-диметилбутанола-2 в воздухе рабочей зоны (НИИ химии АН Узбекистана, г. Ташкент)	36
Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации N, N-диоксидиэтил-м-хлоранилина в воздухе рабочей зоны (Харьковский НИИ ГТиПЗ)	40
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций моноэтиламина в	

воздухе рабочей зоны (Санкт-Петербургский НИИ ГТиПЗ)	44
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций железного комплекса диэтилентриаминпентауксусной кислоты, дипротонированного в воздухе рабочей зоны (Ростовский-на-Дону мединститут)	48
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций калия фосфорнокислого однозамещенного, аммония фосфорнокислого однозамещенного, аммония фосфорнокислого двузамещенного, аммония фосфорнокислого трехзамещенного, магния фосфорнокислого однозамещенного в воздухе рабочей зоны (НИИ химии АН Узбекистана, г. Ташкент)	52
Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций линалоола в воздухе рабочей зоны (НИИ ГТиПЗ Российской АМН, г. Москва, ВНИИ синтетических душистых веществ, г. Москва)	57
Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций оксипропилового эфира диизогексилдитиофосфорной кислоты в воздухе рабочей зоны (НИИ ГТиПЗ Российской АМН, г. Москва)	62
Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций оксиэтилидендифосфоновой (ОЭДФ) кислоты и 2-окси-1,3-пропандиамина-N, N, N', N',-тетра(метиленфосфоновой) кислот (ДПФ-1) в воздухе рабочей зоны (ИРЭА, г. Москва)	66
Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций перфторгексана и перфтороктана в воздухе рабочей зоны (НИИ ГТиПЗ Российской АМН, г. Москва, Пермский мединститут)	71
Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций пиперазина в воздухе рабочей зоны (Ростовский-на-Дону мединститут)	75

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций реглона (диквата) в воздухе рабочей зоны (ВНИИГИНТОКС, г. Киев)	80
Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 1,1,1-трихлор-4-метил-4-пентен-2-ола (ТХМ-4П) и 1,1,1-трихлор-4-метил-3-пентен-2-ола (ТХМ-3П) в воздухе рабочей зоны (Университет дружбы народов им. П. Лумумбы, г. Москва)	83
Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций тионила хлористого в воздухе рабочей зоны (Нижегородский НИИ ГТиПЗ)	87
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций тетрадиметилсульфоксид-гексаметилентетрамина дихлорида кобальта в воздухе рабочей зоны (НИИ химии АН Узбекистана, г. Ташкент)	91
Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 1-(1,2,4-триазолил-1)-1-(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанона-2 в воздухе рабочей зоны (НИИ химии АН Узбекистана, г. Ташкент)	95
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций фенолового эфира 1-окси-2-нафтойной кислоты в воздухе рабочей зоны (НИИ техфотопроект, г. Казань)	99
Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 1-фенил-1-ксилилэтана в воздухе рабочей зоны (Азербайджанский мединститут, г. Баку)	103
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций форполимера диаллилфталата в воздухе рабочей зоны (НИИ санитарии, гигиены и профзаболеваний, г. Ташкент)	107
Методические указания по пламеннофотометрическому измерению концентраций формиата натрия в воздухе рабочей зоны (НИИ химии АН Узбекистана, г. Ташкент)	111

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций формиата аммония в воздухе рабочей зоны (НИИ химии АН Узбекистана, г. Ташкент)	115
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций фурациллина в воздухе рабочей зоны (Рижский мединститут)	119
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций хлорида кальция и хлорида натрия в воздухе рабочей зоны (Донецкий НИИ ГТиПЗ)	123
Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций α -хлор- α , α -дифтор-толуола в воздухе рабочей зоны (НИИ ГТиПЗ Российской АМН, г. Москва)	127
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций хлората калия в воздухе рабочей зоны (НИИ химии АН Узбекистана, г. Ташкент)	131
Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций четырехбромистого углерода в воздухе рабочей зоны (Пермский мединститут)	135
Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций этиленциангидрина в воздухе рабочей зоны (Нижегородский НИИ ГТиПЗ)	138
Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций ацетона в воздухе рабочей зоны с применением для отбора пассивных дозиметров	142
Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций бензина, этилацетата в воздухе рабочей зоны (Центральная Научно-исследовательская лаборатория по газобезопасности, г. Куйбышев)	146
Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций нонилфенола в воздухе рабочей зоны (Центральная Научно-исследовательская лаборатория по газобезопасности, г. Куйбышев)	150

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций окиси пропилена, толуола, ацетальдегида, пропионового альдегида, этилбензола и стирола в воздухе рабочей зоны (Центральная Научно-исследовательская лаборатория по газобезопасности, г. Куйбышев)	154
Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций окиси этилена, окиси пропилена, хлорметила в воздухе рабочей зоны (Центральная Научно-исследовательская лаборатория по газобезопасности, г. Куйбышев)	159
Методические указания по флуориметрическому измерению концентраций ацетилсалициловой (2-ацетилоксибензойной) кислоты (аспирина) в воздухе рабочей зоны (Курский мединститут) . . .	163
Методические указания по флуориметрическому измерению концентраций нафтамена в воздухе рабочей зоны (Курский мединститут)	167
Методические указания по флуориметрическому измерению концентраций окситетрациклина в воздухе рабочей зоны (Курский мединститут) . . .	171
Методические указания по флуориметрическому измерению концентраций 4-хлор-N (2-фурил-метил)-5-сульфамоилантраниловой кислоты (фурасемида) в воздухе рабочей зоны (Курский мединститут)	175
Методические указания по флуориметрическому измерению концентраций N-β-феноксиптил-N-N-диметил-N-2-окси-3-ацетил-5-хлорбензил-аммония 3-окси-2-нафтаата (дифезила) в воздухе рабочей зоны (Курский мединститут)	179
Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций гидроперекиси этилбензола в воздухе рабочей зоны (Центральная Научно-исследовательская лаборатория по газобезопасности, г. Куйбышев) . .	183
Приложение 1	186
Приложение 2	187
Реклама	189

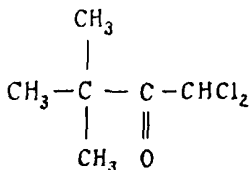
УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Главного
государственного санитарного
врача СССР

В.И. Чибураев
28 сентября 1989 г.
№ 5068-89

Методические указания

по газохроматографическому измерению
концентраций

1,1-дихлор-3,3-диметилбутанона-2
в воздухе рабочей зоны



М.м. 169

1,1-дихлор-3,3-диметилбутанон-2 (товарное название-дихлорпинаколин) образуется как побочный продукт при производстве фунгицида азодена.

Дихлорпинаколин – твердое вещество кремового цвета, Т.пл.50°C, хорошо растворим в гексане, ацетоне, плохо – в воде.
ОБУВ – 5 мг/м³.

В воздухе находится в виде аэрозоля дезинтеграции.

Характеристика метода

Метод основан на использовании газожидкостной хроматографии с применением детектора постоянной скорости рекомбинации

Отбор проб проводится с концентрированием на фильтр "Синяя лента".

Нижний предел измерения в хроматографируемом объеме 0,01 мкг.

Нижний предел измерения в воздухе 2,5 мг/м³ (при отборе 40 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций вещества в воздухе от 2,5 до 25 мг/м³.

Измерению не мешают пинаколин, монохлорпинаколин.

Суммарная погрешность измерения не превышает $\pm 25\%$.

Время выполнения измерения около 30 мин.

Приборы, аппаратура, посуда

Хроматограф с детектором постоянной скорости рекомбинации; колонка стеклянная 2 м, с внутренним диаметром 3,5 мм; аспирационное устройство;

фильтродержатели, ТУ 95.72.05-77;

колбы мерные вместимостью 25 и 100 мл, ГОСТ 1770-74;

пипетки вместимостью 1, 2, 5 и 10 мл, ГОСТ 20292-74;

пробирки с шлифованными пробками вместимостью 10 мл, ГОСТ 10515-75;

посуда лабораторная, ГОСТ 1770-74;

микрошприц МШ-10, ГОСТ 8043-74;

лупа измерительная, ГОСТ 8304-75;

линейка измерительная, ГОСТ 427-75.

Реактивы, растворы, материалы

Гексан, хч, свежеперегнанный, ТУ 6-09-3375-73;

фильтры "Синяя лента" ТУ 6-09-1676-77;

насадка для колонки - хроматон N-AW-HMDS с 5% SE -30 (фракция 0,16-0,20 мм);

газообразный аргон, осч., ГОСТ 10157-79;

стандартный раствор № 1 дихлорпинаколина с концентрацией 1 мг/мл готовят растворением 100 мг вещества в гексане в мерной колбе на 100 мл. Раствор устойчив в течение 1 месяца при температуре +4°C.

стандартный раствор № 2 с концентрацией 100 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением раствора № 1 гексаном. Раствор устойчив в течение 5 дней.

Отбор пробы воздуха

Воздух с объемным расходом 5 л/мин аспирируют через фильтр "синяя лента", укрепленный в фильтродержателе. Для

измерения 0,5 ОБУВ следует отобрать 40 л воздуха. Пробы сохраняются в течение 3 дней.

Подготовка к измерению

Хроматографическую колонку заполняют насадкой с подсоединением слабого вакуума (с помощью водоструйного насоса).

Колонку помещают в термостат хроматографа и не подсоединяя к детектору кондиционируют при скорости газа-носителя 30 мл/мин и температуре 100°C в течение 24 ч.

Градуировочные растворы с содержанием от 10 до 100 мкг/мл готовят разбавлением стандартного раствора № 2 гексаном. Растворы устойчивы в течение 5 дней.

Для количественного определения используют метод абсолютной калибровки. Для этого в испаритель хроматографа через самоуплотняющуюся мембрану вводят по 1 мкл каждого из градуировочных растворов, что соответствует 0,01; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,1 мкг 1,1-дихлор-3,3-диметилбутанона-2.

На основании полученных данных строят градуировочный график, выражающий зависимость площади пика (мм^2) от количества компонента (мкг) в хроматографируемом объеме. Построение графика проводят из 5 параллельных определений для каждой концентрации.

Условия хроматографирования градуировочных растворов и анализируемых проб

Температура термостата колонок - 100°C.

Температура испарителя - 200°C.

Температура термостата детектора - 200°C.

Скорость потока газа-носителя (аргона) - 30 мл/мин.

Скорость потока воздуха (для поддува детектора) 190 мл/мин.

Скорость движения диаграммной ленты - 240 мм/ч.

Время удерживания дихлорпинаколина - 2 мин 42 с.

Проведение измерения

Фильтры с отобранной пробой помещают в стакан, обрабатывают дважды по 5 мл гексаном при помешивании стеклянной палочкой. Затем фильтры отжимают и удаляют. Экстракт переносят в мерные пробирки на 10 мл с пришлифованными пробками. Стакан ополаскивают небольшим количеством гексана и сливают в те же мерные пробирки, чтобы объем экстрактов был 10 мл.

В хроматограф через самоуплотняющуюся мембрану вводят 1 мкл экстракта. Пробу хроматографируют не менее пяти раз.

Расчет концентрации

Концентрацию 1,1-дихлор-3,3-диметилбутанона-2 в воздухе ($\text{мг}/\text{м}^3$) вычисляют по формуле

$$C = \frac{a \cdot b}{b \cdot V} ,$$

где a - количество вещества, найденное в анализируемом объеме раствора по градуировочному графику, мкг; b - общий объем раствора пробы, мл; b - объем раствора пробы, взятый для анализа, мл; V - объем воздуха, отобранный для анализа, приведенный к стандартным условиям, л (см. приложение 1).

Приведение объема воздуха к стандартным условиям (температура 20°C и давление 760 мм рт. ст.) проводят по следующей формуле:

$$V_{\text{ст}} = \frac{V_t \cdot (273 + 20) \cdot p}{(273 + t) \cdot 101,33}$$

где $V_{\text{ст}}$ - 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 $V_{\text{ст}}$ следует пользоваться таблицей коэффициентов (см. приложение 2). Для этого надо умножить V_t на соответствующий коэффициент.

Коэффициент К для приведения объема воздуха к стандартным условиям

Т, °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

Т, °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
+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	0,9565	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