

Министерство здравоохранения СССР

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

22/1

Москва - 1988

Министерство здравоохранения СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ
РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

22/1

Москва - 1988

Методические указания по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и санитарных лабораторий на промышленных предприятиях 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 внедрения 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.

Ответственные за выпуск: С.И. Муравьева, Г.А. Дьякова, К.М. Грачева,
В.Г. Овечкин.

Настоящие методические указания разрешается размножить в необходимом количестве экземпляров.



УТВЕРЖАЮ

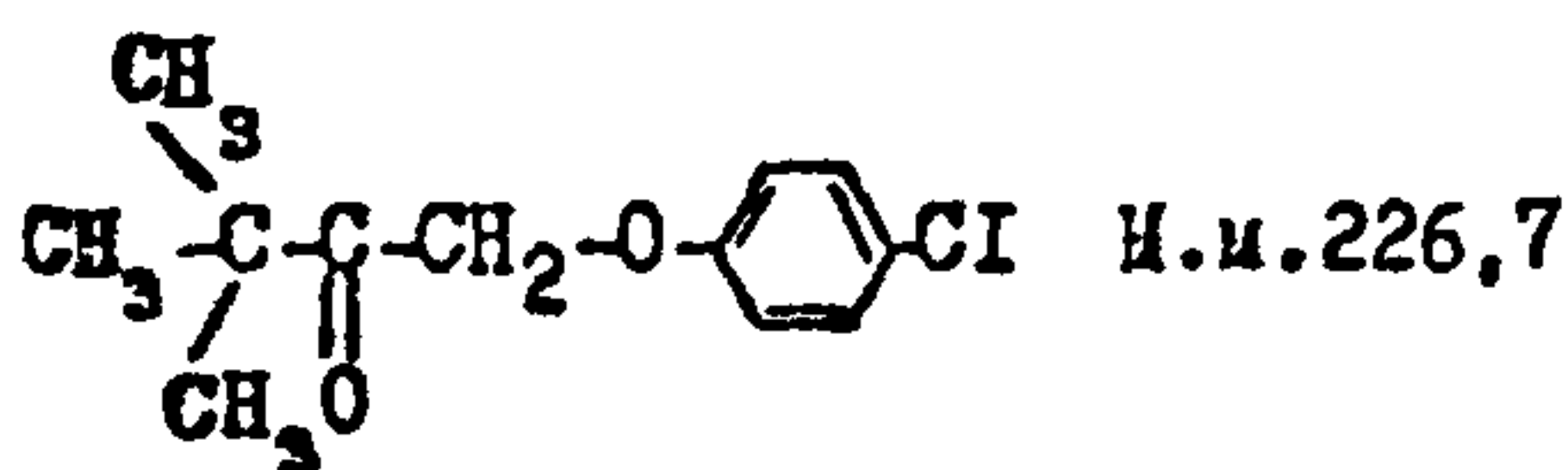
Заместитель Главного государственного санитарного врача СССР

А.И. Заиченко

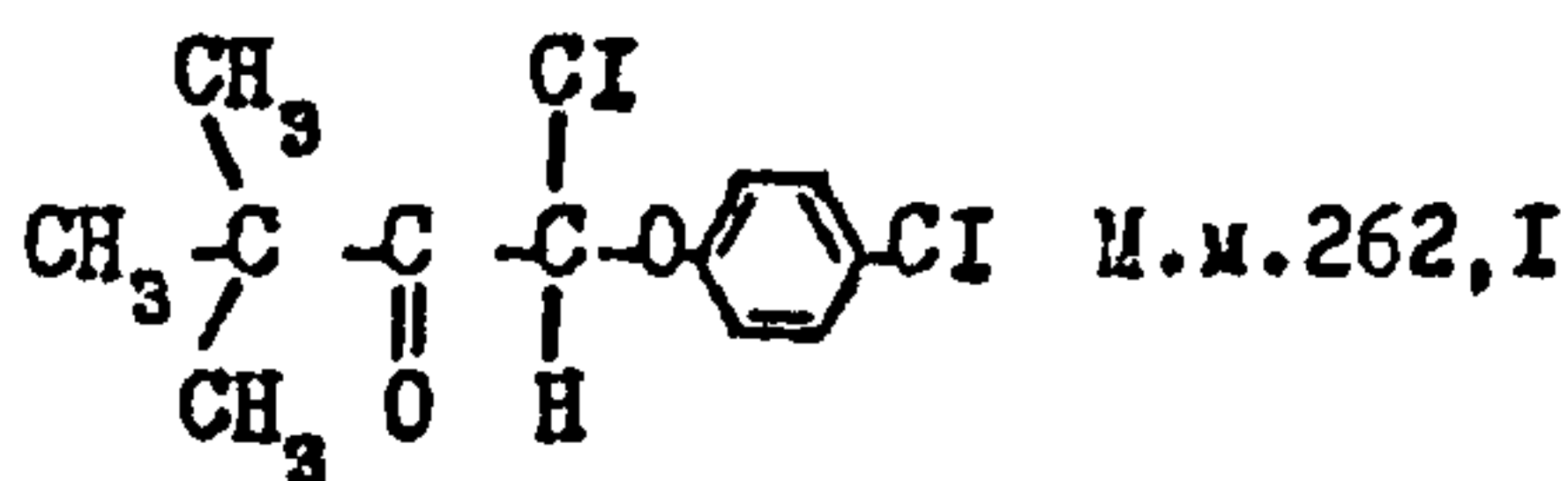
" 11 " декабря 1987 г.

№ 4464-87

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ
I-(4-ХЛОРФЕНОКСИ)-3,3-ДИМЕТИЛБУТАНОНА-2 И I-ХЛОР-(4-ХЛОРФЕНОКСИ)-3,3-ДИМЕТИЛБУТАНОНА-2 В ВОЗДУХЕ
РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



I-(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанон-2; хлорфеноксипинаколин; ХФП



I-хлор-(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанон-2; хлорфеноксихлорпинаколин ХФХП

ХФП - кристаллы белого цвета, $T_{\text{пл.}} 63^\circ\text{C}$, хорошо растворим в гексане, толуоле, ацетоне, этаноле, эфире. Плохо растворяется в воде.

ХФХП - кристаллы светложелтого цвета, $T_{\text{пл.}} 67^\circ\text{C}$, хорошо растворим в гексане, толуоле, ацетоне, этаноле, эфире.

ХФП и ХФХП в воздухе находятся в виде аэрозоля и паров. Обладают функциональной кумуляцией.

ОБУВ ХФП и ХФХП - 30 мг/м³.

ХАРАКТЕРИСТИКА МЕТОДА

Метод основан на использовании газо-жидкостной хроматографии с применением детектора постоянной скорости рекомбинации (детектор по захвату электронов).

Отбор проб проводят с концентрированием: аэрозоля на фильтры, паров в толуол.

Нижний предел измерения в хроматографируемом объеме 0,02 мкг.

Нижний предел измерения в воздухе 15 мг/м³ (при отборе 4 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций в воздухе от 15 до 150 мг/м³.

Измерению не мешают пинаколин, моно- и дихлорпинаколин, I, I ди-(4 хлорфенокси)-3,3 диметилбутанон - 2

Суммарная погрешность не превышает $\pm 25\%$

Время выполнения измерения около 40 мин.

ПРИБОРЫ, АППАРАТУРА, ПОСУДА

Хроматограф марки "Цвет 164" или аналогичный прибор с детектором постоянной скорости рекомбинации.

Колонка стеклянная, длиной 2 м и внутренним диаметром 3 мм.

Аспирационное устройство.

Фильтродержатели.

Поглотительные приборы с пористой пластинкой № 2.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, вместимость 50 и 100 мл.

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

Пробирки с пришлифованной пробкой, ГОСТ 10515-75, вместимостью 10 мл.

Посуда лабораторная, ГОСТ 1770-74.

Ротационный вакуумный испаритель с набором колб ИР-1 М, ТУ 25-11-917-74.

Колбы для упаривания грушевидные, ГОСТ 10394-72, вместимость 50 мл.

Микрошприц МШ-10, ГОСТ 8043-74.

Линейка измерительная, ГОСТ 8309-75.

Лупа измерительная, ГОСТ 8309-75.

Секундомер, ГОСТ 5072-79.

Водоструйный насос.

РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ, МАТЕРИАЛЫ

Стандартные растворы ХФП и ХФХП № 1 с концентрацией 1 мг/мл готовят взятием точной навески 100 мг и растворением ее в мерной колбе на 100 мл толуолом. При хранении в холодильнике растворы устойчивы в течение 1 месяца.

Стандартные растворы ХФП и ХФХП № 2 с концентрацией 100 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № 1 толуолом.

Толуол, ГОСТ 5789-78, ч.д.а. свежеперегнаный.

Фильтры "Синяя лента" диаметром 7 см, ТУ 6-09-1676-77.

Насадка для колонки: хроматон М-АВ-НМ ДС С с 5%

SE-30, фракция 0,16-0,20 мм (производство ЧССР)

Газообразный аргон, ч., ГОСТ 10157-79 и воздух, ГОСТ 11882-73 в баллонах с редуктором.

ОТБОР ПРОБЫ ВОЗДУХА

Для определения аэрозоля ХФП и ХФХП воздух со скоростью 2л/мин аспирируют через фильтр, помещенный в фильтродержатель. Для определения 0,5 ОБУВ следует отобрать 4 л воздуха.

Для определения паров ХФП и ХФХП воздух со скоростью 0,5л/мин

аспирируют через систему, состоящую из фильтродержателя с фильтром и 2-х последовательно соединенных с ним поглотительных приборов, содержащих по 50 мл толуола.

Во время отбора пробы поглотительные приборы охлаждают смесью льда с хлоридом натрия. Анализируют лишь содержимое поглотительных сосудов. Для определения 0,5 ОБУВ достаточно отобрать 4 л воздуха.

Срок хранения отобранных проб - 5 суток в холодильнике.

ПОДГОТОВКА К ИЗМЕРЕНИЮ

Хроматографическую колонку заполняют готовой 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 в режиме программирования температур от 50 до 250°C со скоростью нагрева 2° С/мин, а затем в изотермическом режиме при 250°C в течение 10 часов.

Градуировочные растворы с содержанием от 10 до 100 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора в 2 толуолом, они устойчивы в течение 5 суток при хранении в холодильнике.

Градуировочные растворы готовят согласно таблице. 22

Таблица 22

Шкала стандартов для определения ХФП, ХФХП			
Номер стандарта	Стандартный раствор в 2 мл	Растворитель, мл	Содержание ХФП и ХФХП в 2 мл хроматографируемого раствора, мкг
1	2	3	4
1	0	10	0
2	1,0	9,0	0,02
3	2,0	8,0	0,04

1	2	3	4
4	4,0	6,0	0,08
5	6,0	4,0	0,12
6	8,0	2,0	0,16
7	10	0	0,2

Для количественного определения используют метод абсолютной калибровки. В испаритель хроматографа через самоуплотняющуюся мембрану вводят по 2 мкл каждого из градуировочных растворов, приготовленных согласно таблице. На основании полученных данных строят градуировочный график, выражающий зависимость высоты пика (мм) от количества компонента (мкг). Построение градуировочного графика проводят из 5 параллельных определений для каждой концентрации.

Условия хроматографирования градуировочных смесей и анализируемых проб:

температура термостата колонок	190°C
температура испарителя	260°C
температура термостата детектора	260°C
скорость потока газа-носителя	30 мл/мин (аргона)
скорость потока воздуха (поддувочного газа)	190 мл/мин
Скорость движения диаграммной ленты	240 мм/час
чувствительность по шкале электрометра, см	64×10^{10}
Время удерживания: ХФП - 3 мин. 22 сек.	

ХФХП - 4 мин.

ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЯ

Для определения концентрации аэрозолей фильтр переносят в стаканчик и смывают толуолом по 3 мл дважды при перемешивании стеклянной палочкой. Фильтр отжимают и удаляют, экстракт переносят в пробирку с притертой пробкой. Хроматографируют раство-

ры проб, вводя в испаритель хроматографа по 2 мкл раствора.

Для определения концентрации паров ХП и ХХП содержащее поглотительных сосудов количественно переносят в грушевидную колбу, обмывая стенки поглотительных сосудов толуолом. Растворитель отгоняют до объема 2-3 мл, переносят в пробирку с притертой пробкой, колбу ополаскивают толуолом, сливают в пробирку так, чтобы объем раствора был 5 мл и хроматографируют, вводя в испаритель хроматографа по 2 мкл. Количественное определение ХП и ХХП проб вводят по предварительно построенному градуировочному графику.

РАСЧЕТ КОНЦЕНТРАЦИИ.

Концентрации ХП и ХХП в $\text{мг}/\text{м}^3$ (С) в воздухе вычисляют по формуле:

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

- а - количество вещества, найденное в анализируемом объеме поглотительного раствора по калибровочному графику, мкг ;
- в - общий объем поглотительного раствора, мл ;
- б - объем поглотительного раствора, взятого для анализа, мл ;
- У - объем воздуха, отобранный для анализа (л), 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 К для приведения объема воздуха к условиям
по ГОСТ 12.1.016-79

°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	0,999	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	0,9655	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	0,9198	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,9421	0,9471

П Е Р Е Ч Е Н Ъ

учреждений, представивших „Методические указания
по измерению концентраций вредных веществ в
воздухе.“

№ п/п	Наименование вещества	Учреждения, представившие Методические указания
1	2	3
1	аценафтен	НИОПИК, Донецкий медицинский институт
2	3,3-диметилбутанол-2 (пинаколин)	НИИ химии АН УзССР
3	дисульфид	НИИ лекарственных средств
4	1,1-ди(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанол-2	НИИ химии АН УзССР
5	изобутиронитрил	Волгоградская обл. СЭС
6	3-изоцианотолуол	Горьковский НИИ ГТИПЗ
7	красители активные хлортриазиновые	НИОПИК
8	красители винилсульфоновые	НИОПИК
9	красители дисперсные антрахиноновые	НИОПИК
10	красители триарилметановые	НИОПИК
11	красители фталоцианиновые	НИОПИК
12	крезидин	НИОПИК
13	натрия гидрокарбонат	Донецкий НИИ ГТИПЗ
14	натрий монохлоруксусный	Уфимский НИИ ГТИПЗ
15	натриевая соль полифталоцианина кобальта	Уфимский НИИ ГТИПЗ
16	рибофлавин	НИИ лекарственных средств
17	L-сорбоза	НИИ ГТИПЗ АМН СССР
18	сульфазин, сульфадiazин серебра, уросульфидан	НИИ лекарственных средств
19	сульфантрол	НИИ лекарственных средств
20	1,2,4-триазол	НИИ химии АН УзССР
21	триэтилфосфат	Львовский медицинский институт

1	2	!	3
22	1-хлор-3,3-диметилбутанон-2	НИИ химии АН УзССР	
23	1,4-хлорфенокси-(3,3-диметилбутанон-2)	НИИ химии АН УзССР	
24	1-хлор(4-хлорфенокси)-3,3-диметил- бутанон-2	НИИ химии АН УзССР	
25	цианамид кальция	Армянский НИИ ГТИПЗ	

Приложение 4

Вещества, определяемые по ранее утвержденным
и опубликованным Методическим указаниям

<u>Наименование веществ</u>	<u>Методические указания</u>
I, I, 5-тригидроперфторамилакрилат	МУ на фотометрическое определение фторорганических соединений в воздухе, М., 1981, с. 187 (переизданный сборник МУ, вып. I-5) коэффициент пересчета с фтора 1,88
I, I-дигидроперфторамилакрилат	коэффициент пересчета с фтора 1,78
I, I, 7-тригидроперфторгептилакрилат	коэффициент пересчета с фтора 1,69
I, I-дигидроперфторгептилакрилат	коэффициент пересчета с фтора 1,64

Указатель определяемых веществ

- Ацнафтен 3
 Гидрокарбонат натрия 7
 3,3-диметилбутанон-2 12
 6,7-диметил-9-(Д-Г-рибитил)изоаллоксазин (рибофлавин) 18
 Дисульфид 22
 1,1-ди(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанон-2(дихлорфеноксипинаколин) 26
 Изобутиронитрил 31
 3-изоцианотолуол (м-толилизотиоцианат) 35
 Красители: активные ринилсульфоновые 48
 активный красно-фиолетовый 2КТ 44
 активные хлортиазиноновые 65
 дисперсные антрахиноновые 40
 дисперсный прочный желтый 2Х 44
 основные триариметановые 54
 фталоцианиновые 60
 Крездин 70
 Моноклоруксусный натрий 76
 Натриевая соль полифталоцианина кобальта 81
 L-сорбоза 86
 Сульфадиазин серебра 92
 Сульфазин 92
 Сульфантрол 97
 1,2,4-триазол 101
 Триэтилфосфат 110
 Уросульфид 92
 1-хлор-3,3-диметилбутанон-2 115
 1-(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанон-2 120
 1-хлор-(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанон-2 120
 Цананид кальция 126

СОДЕРЖАНИЕ

	стр.
1. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций аценафта в воздухе рабочей зоны	3
2. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций гидрокарбоната натрия в воздухе рабочей зоны	7
3. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 3,3-диметилбутанона-2 в воздухе рабочей зоны	12
4. Методические указания по флуориметрическому измерению концентрации 6,7-диметил-9-(Д-Г-рибитил)изоаллоксамина (рибофлавина) в воздухе рабочей зоны	18
5. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций дисульфана в воздухе рабочей зоны	22
6. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 1,1-ди(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанона-2(дихлорфеноксипинаколикс) в воздухе рабочей зоны	26
7. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций изобутиронитрила в воздухе рабочей зоны	31
8. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации 3-изоцианотолуола (м-толилизотианата) в воздухе рабочей зоны	35
9. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций дисперсных антрахиноновых красителей в воздухе рабочей зоны	40

10. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций красителей активного красного-фиолетового 2КТ и дисперсного прочного желтого 2Ж при совместном присутствии в воздухе рабочей зоны 44
11. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций винилсульфоновых активных красителей: бордо 4 СТ, желтого 2 КТ, алого 4 ЕТ, желтого светопрочного 2 КТ, красно-фиолетового 2 КТ, красно-коричневого 2 КТ в воздухе рабочей зоны 48
12. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций основных триарилметановых красителей (основного фиолетового К, основного синего К, основного ярко-зеленого сульфата, основного ярко-зеленого оксалата) в воздухе рабочей зоны 54
13. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций водорастворимых фталоцианиновых красителей в воздухе рабочей зоны 60
14. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций активных хлорфазиновых красителей в воздухе рабочей зоны 65
15. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации крезидина в воздухе рабочей зоны. 70
16. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации моноклоруксусного натрия в воздухе рабочей зоны. 76
17. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций натриевой соли полифталоцианина кобальта в воздухе рабочей зоны 81

18. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций L-сорбози в воздухе рабочей зоны	86
19. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций сульфазина, сульфадиазина серебра, уросульфана в воздухе рабочей зоны	92
20. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций сульфантрола в воздухе рабочей зоны.	97
21. Методические указания по газохроматографическому и хроматографическому измерению концентраций 1,2,4-триазола в воздухе рабочей зоны	101
22. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрация триэтилфосфата в воздухе рабочей зоны	110
23. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 1-хлор-3,3-диметилбутанона-2 в воздухе рабочей зоны	115
24. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 1-(4-хлорфеноксид)-3,3-диметилбутанона-2 и 1-хлор-(4-хлорфеноксид)-3,3-диметилбутанона-2 в воздухе рабочей зоны. 120	
25. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации пирамиды кальция в воздухе рабочей зоны	126
Приложение 1	131
Приложение 2	132
Приложение 3	133
Приложение 4	135
Указатель определяемых веществ	136

1. - 47254 от 22.04.22 г. л. 225 Зак. № 1562 Тир 1000