

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

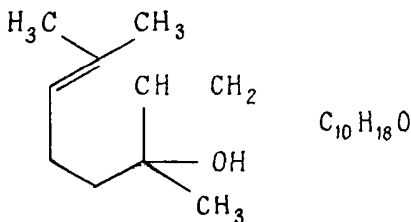
Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций окиси пропилена, толуола, ацетальдегида, пропионового альдегида, этилбензола и стирола в воздухе рабочей зоны (Центральная Научно-исследовательская лаборатория по газобезопасности, г. Куйбышев)	154
Методические указания по газохроматографическому 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. Чибурев
28 сентября 1989 г.
№ 5073-89

Методические указания

по газохроматографическому измерению
концентраций линалоола в воздухе рабочей зоны



М.м. 154,24

3,7-диметил-1,6-октадиен-3-ол (линалоол).

Линалоол - жидкость с желтоватым оттенком. Т. кип. 200°C. Показатель преломления n_D^{20} - 1,4620. Упругость паров при 20°C - $1,4 \cdot 10^{-1}$ мм рт. ст., летучесть при этой температуре 1181,5 мг/м³. Хорошо растворяется в ацетоне, этаноле. В воде не растворим. В воздухе линалоол находится в виде паров.

Линалоол относится к веществам, умеренно опасным для развития острого отравления, клиническая картина характеризуется поражением нервной системы, почек и печени. Линалоол обладает слабым раздражающим действием на кожу.

ПДК-5 мг/м³.

Характеристика метода

Определение основано на использовании газожидкостной хроматографии с применением пламенно-ионизационного детектора. Отбор пробы проводится с концентрированием на полисорбе-1.

Нижний предел измерения в хроматографируемом объеме 0,016 мкг.

Нижний предел измерения в воздухе 2 мг/м³ (при отборе 1 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций линалоола в воздухе от 2 до 40 мг/м³.

Измерению не мешают: анетол, ацетат дегидролиналоола, ацетофенон, дегидролиналоол, дипрениловый эфир, декалол, ионон, линалилацетат, β-нафтол, сантал, санталидол, фенилэтиловый спирт, цитраль, цитронеллаль.

Суммарная погрешность измерения не превышает ±20%.

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

Приборы, аппаратура, посуда

Хроматограф с детектором ионизации в пламени;
хроматографическая колонка из нержавеющей стали или стекла, длиной 300 см, внутренним диаметром 3 мм;

аспирационное устройство;

поглотительные стеклянные трубки длиной 4 см, внутренним диаметром 5 мм;

микрошприц МШ-10, ГОСТ 8043-75;

лупа измерительная, ГОСТ 8304-75;

линейка логарифмическая, ГОСТ 5072-79;

баня водяная;

чашки фарфоровые вместимостью 100 мл, ГОСТ 9147-80;

эксикатор, ГОСТ 25336-82;

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

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

колбы конические со шлифом вместимостью 100 мл, ГОСТ 22336-82;

флаконы с резиновой пробкой вместимостью 10 мл.

Реактивы, растворы и материалы

линалоол, ТУ 18-16-39-83;

полисорб-1, зернение 0,1-0,5 мм;

ацетон, осч, ГОСТ 2603-79;

гексан, хч, ТУ 6-09-3375-78;

толуол, хч, ГОСТ 5789-78;

стандартный раствор линалоола с концентрацией 0,4 мг/мл готовят растворением точной навески (40 мг) линалоола в ацетоне

в мерной колбе на 100 мл. Стандартный раствор устойчив в течение 1 суток в условиях исключения испарения растворителя; спирт этиловый ректификованный, ГОСТ 18300-87; неподвижная жидкая фаза - апиезон L; твердый носитель - хромсорб W-AW-ДМС, зернение 80-100 меш. или хроматон N-AW-ДМС, зернение 0,125-0,16 мм; гелий газообразный высшей очистки марки Б, ТУ 51-940-80; водород технический марки А, ГОСТ 3022-80; воздух технический, ГОСТ 17433-80.

Отбор пробы воздуха

Воздух с объемным расходом 0,5 л/мин аспирируют через поглотительную трубку, содержащую тампоны из стекловолокна и полисорб-1 (0,1 г). Для определения 0,5 ПДК следует отобрать 1 л воздуха. После отбора пробы воздуха поглотительную трубку закрывают с обеих сторон заглушками. Срок хранения трубок с пробой до 2 суток.

Подготовка к измерению

Насадку для газохроматографической колонки готовят из расчета 25% массы неподвижной фазы апиезона L от массы твердого носителя. Для этого в конической колбе взвешивают 2,5 г апиезона L, прибавляют 80 мл гексана и тщательно перемешивают. В фарфоровой чашке взвешивают 10 г твердого носителя, заливают раствором неподвижной фазы и выдерживают 1 ч.

Удаление растворителя проводят на водяной бане при 50°C при перемешивании (осторожно) стеклянной палочкой. Затем сушат готовую насадку в сушильном шкафу при температуре 100°C в течение 2 ч. Хроматографическую колонку перед заполнением промывают последовательно толуолом, ацетоном, водой, этиловым спиртом. После окончания промывки колонку высушивают под вакуумом (15-20 мм рт. ст.) и при нагревании при 60-80°C.

При заполнении колонки насадкой один ее конец закрывают тампоном из стекловолокна и присоединяют к вакуум-насосу (15-20 мм рт. ст.). В другой конец колонки через воронку небольшими порциями присыпают насадку, уплотняя ее постукиванием по колонке резиновым шлангом. Количество насадки, израсходованное на заполнение колонки составляет $(6,3 \pm 0,3)$ г при использовании хромсорба W-AW-ДМС и $(7,8 \pm 0,3)$ г при

использовании хроматона N-AW-DMCS. После заполнения концы колонки закрывают тампонами из стекловолокна.

Колонку кондиционируют в режиме программирования температуры от 50 до 200°C со скоростью нагрева 1 град/мин при скорости газа-носителя 30-40 мл/мин в течение 6-8 ч без подсоединения колонки к детектору.

Полисорб-1 сушат в сушильном шкафу при температуре 150°C в течение 5 ч, после чего хранят в эксикаторе.

Поглотительные стеклянные трубки промывают ацетоном, сушат в сушильном шкафу при температуре 100°C в течение 1 ч. После охлаждения трубки заполняют полисорбом-1. Концы трубок закрывают тампонами из стекловолокна, предварительно промытого ацетоном и заглушками. Заполненные полисорбом-1 трубки хранят в колбе со шлифом.

Градуировочные растворы линалоола в ацетоне с концентрацией 8, 16, 32, 48, 64 и 80 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора ацетоном в мерной колбе вместимостью 25 мл.

Срок хранения растворов 7 ч.

Градуировочные растворы линалоола в количестве 4 мкл вводят в хроматографическую колонку через самоуплотняющуюся мембрану. Строят градуировочный график, выражающий зависимость площади (мм^2) пика от количества компонента (мкг). Построение градуировочного графика необходимо проводить не менее чем по 6 точкам, проводя 5 параллельных определений для каждой концентрации.

Условия хроматографирования градуировочных смесей и анализируемых проб

Температура термостата колонки - 150°C.

Температура испарителя - 200°C.

Скорость потока газа-носителя (гелия) - 80 мл/мин.

Скорость потока водорода - 40 мл/мин.

Скорость потока воздуха 500 мл/мин.

Скорость движения диаграммной ленты 240 мм/ч.

Рабочая шкала электрометра - 100×10^{-12} А.

Время удерживания линалоола - 7 мин.

Проведение измерения

Содержимое поглотительной трубки, в том числе тампоны, переносят во флакон вместимостью 5-10 мл, приливают 0,5 мл

ацетона, закрывают флакон резиновой пробкой и оставляют на 15 мин. В ацетоновом растворе проба может храниться 2 ч.

Для анализа иглой микрошприца прокалывают резиновую пробку флакона, отбирают 4 мкл экстракта и вводят через самоуплотняющуюся мембрану.

Записывают хроматограмму, вычисляют площадь пика и по градуировочному графику находят количество определяемого компонента. При анализе проводят 3 параллельных определения.

Расчет концентрации

Концентрацию вещества в воздухе ($\text{мг}/\text{м}^3$) вычисляют по формуле

$$X = \frac{a \cdot v}{b \cdot V},$$

где a - количество линалоола, найденное в анализируемом объеме по градуировочному графику, мкг; v - общий объем раствора пробы, мл; b - объем пробы, взятый для анализа, мл; V - объем воздуха, отобранный для анализа и 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