

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

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

Выпуск 21/1

Москва 1987

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ
РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

ВЫПУСК 21/1

Москва 1987

Сборник Методических Указаний составлен методической секцией по промышленной токсикологии при Проблемной комиссии "Научные основы гигиены труда и профпатологии"

Настоящие Методические указания распространяются на измерение концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны при санитарном контроле.

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

Утверждаю
Заместитель Главного
государственного санитарного

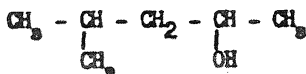
врача СССР

 А.И. Зайченко

« 6 » ноября 1986 г.

№ 4210-86

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
по газохроматографическому измерению концентрации
метилэтилбутилкарбинола в воздухе рабочей зоны.



М.м. 102, 17

Метилэтилбутилкарбинол представляет собой бесцветную жидкость с резким запахом, температура кипения 130-133° С, температура кристаллизации минус - 90°С. При 20°С в воде растворится 1,79% вес. Растворяется в этаноле, хлороформе, бензоле. Непожароопасен. В воздухе находится в виде паров. Обладает выраженным наркотическим действием, при контакте кожно-резорбтивным и кожно-раздражающим действием. Порог острого действия близок к 1500 мг/м³. Третий класс опасности, пометка "кожа". Предельно допустимая концентрация метилэтилбутилкарбинола в воздухе 10 мг/м³.

ХАРАКТЕРИСТИКА МЕТОДА

Метод основан на использовании газожидкостной хроматографии с применением пламенно-ионизационного детектора.

Отбор проб с концентрированием в этиловый спирт. Нижний предел измерения в хроматографируемом объеме - 0,005 мкг.

Нижний предел измерения в воздухе 5 мг/м^3 при (отборе 5 л воздуха.)

Диапазон измеряемых концентраций вещества в воздухе от 5 мг/м^3 до 50 мг/м^3 .

Измерению не мешают метилизобутилкетон, ацетон.

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

Время выполнения измерения (включая отбор проб) около 20 мин.

Приборы, аппаратура, посуда.

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором.

Колонки из нержавеющей стали длиной 2 м и диаметром 3 мм.

Микрокомпрессор, типа ВК-1, ТУ 25-06-926-72.

Аспирационное устройство.

Поглотительные приборь со стеклянной пористой пластинкой.

Колбы мерные с притертой пробкой, вместимость 25 мл, 50 мл, 100 мл, ГОСТ 1770-74.

Пипетки вместимостью 1, 2, 5 и 10 мл, ГОСТ 20292-74.

Пробирки градуированные с шлифованными пробками высотой 100 мм и внутренним диаметром 17 мм, ГОСТ 10515-75.

Секундомер.

Микрошприц МШ-10.

Лупа измерительная, ГОСТ 8309-75.

Линейка.

Реактивы, растворы и материалы.

Метилизобутилкарбинол, $T_{\text{кип.}} 130^\circ - 133^\circ$.

Спирт этиловый, ректификат, ГОСТ 5963-67.

Твердый носитель-инертон АУ-ИИДС (0,20-0,25 мм).

Жидкая фаза - карбовакс 20М, 10%.

Газообразные азот ГОСТ 9293-74, водород ГОСТ 3022-70 в баллонах с редукторами.

Стандартный раствор № I с концентрацией 1 мг/мл готовят взвешиванием точной навески метилизобутилкарбинола, стандартный раствор устойчив в течение 10 суток.

Отбор пробы воздуха.

Воздух с объемным расходом 0,5 л/мин аспирируют через поглощающий сосуд со стеклянной пористой пластинкой, содержащий 5 мл этилового спирта. Для измерения 1/2 ПДК следует отобрать 5 л воздуха. Отбор пробы проводится с охлаждением (вода+лед). Срок хранения отобранных проб 10 дней в холодильнике.

Подготовка к измерению.

Хроматографическую колонку заполняют готовой насадкой инертном AW - HMDS (0,20-0,25 мм) с 10% карбовакса 20М с подсоединением слабого вакуума и кондиционируют в токе азота при 150° в течение 8-10 часов. Градуировочные растворы с содержанием метилизобутилкарбинола от 5 мкг/мл до 50 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № I этиловым спиртом. Градуировочные растворы устойчивы в течение 10 дней в холодильнике.

Для количественного измерения метилизобутилкарбинола строят градуировочный график с использованием градуировочных растворов. Вводят 1 мкл каждого раствора в хроматограф через самоуплотняющуюся мембрану. Строят градуировочную кривую, выражающую зависимость площади (см^2) пика от количества компонента (мкг). Площадь пика получают умножением высоты на его ширину, измеренную на половине высоты. Построение градуировочной кривой 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 85°C..

Температура испарителя 200°C.

Скорость потока газа-носителя 30 мл/мин.

Скорость потока водорода - 40 мл/мин.

Скорость потока воздуха - 300 мл/мин.

Скорость движения диаграммной ленты - 200 мм/час.

Время удерживания метилизобутилкарбинола 8 мин.50 с.

Проведение измерения.

Пробу объемом 1 мкл вводится с помощью микрошприца в хроматограф через самоуплотняющуюся мембрану. Затем записывают хроматограмму и вычисляют площадь пика, а по градуировочному графику находят количество метилизобутилкарбинола.

Расчет концентрации.

Содержание метилизобутилкарбинола в мг/м³ (С) вычисляют по формуле:

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

a - количество вещества, найденное в анализируемом объеме поглотительного раствора по калибровочному графику, мкг;

V - общий объем поглотительного раствора, мл;

δ - объем поглотительного раствора, взятого для анализа, мл;

V' - объем воздуха, отобранный для анализа, приведенный к стандартным условиям.

Приложение I

Приведение объема воздуха к стандартным условиям проводят по следующей формуле:

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

V - 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_{20} следует пользоваться таблицей коэффициентов (приложение 2). Для приведения воздуха к стандартным условиям надо умножить V на соответствующий коэффициент.

Коэффициент К для приведения объема воздуха к стандартным условиям

°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	101,59/760	101,86/760
-30	1,1882	1,1646	1,1709	1,1772	1,1836	1,1899	1,1963	1,2026	1,2058	1,2122
-26	1,1593	1,1456	1,1519	1,1581	1,1644	1,1706	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	1,1460	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	0,9391	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 Ь

учреждения представивших Методические указания
по измерению концентрации вредных веществ в
воздухе

№№ : пп : :	Методические указания	: : :	Учреждения, представ- ившие Методические ука- зания
1 :	2	:	3
1.:	Фотометрическое измерение концентрации: алкилпропилендиаминна	:	Медицинский институт г. Ростов-на-Дону
2.:	Фотометрическое измерение концентрации: бис-(2-метил-3-окси-4-оксиметил-5-ме- тилпиридин) дисульфида дигидрохлорида (пиридитол)	:	НИИ гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва Медицинский институт г.Курск
3.:	Газохроматографическое измерение кон- центрации бутоксибутенина	:	НИИ гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва ГОСНИИ метанолпроект
4.:	Фотометрическое измерение концентрации: 1,10 декандикарбоновой кислоты (1,10 ДДК)	:	ГорСЭС, г. Москва
5.:	Фотометрическое измерение концентрации: диборида магния, диборида титана-хрома и металлокерамического сплава (на осно- ве диборида титана-хрома)	:	НИИ гигиены труда и профзаболеваний г.Свердловск
6.:	Фотометрическое измерение концентрации: диморфолинфенилметана (ингибитора ВНХ-Л-20)	:	НИИ гигиены труда и профзаболеваний г.Ижевск
7.:	Газохроматографическое измерение кон- центрации метилизобутилкарбонла	:	НИИ гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г. Москва

1 :	2	:	3
8. : Газохроматографическое измерение концентрации метилцеллолозы	Киевский филиал : ГосНИИхлорпроект : г.Киев	:	: Медицинский институт г. Ставрополь
9. : Пламеннофотометрическое измерение концентрации стронция фосфорнокислого двухзамещенного	НИИ гигиены труда и профзаболеваний : АМН СССР, г.Москва	:	: ГорСЭС, г.Москва
10. : Газохроматографическое измерение концентрации фенола	Рязанский медицинский институт	:	: ГорСЭС, г.Москва
11. : Газохроматографическое измерение концентрации циклодеканола и циклодеканола	ГорСЭС, г.Москва	:	: Рязанский медицинский институт
12. : Газохроматографическое измерение концентрации денацила и додецилового спирта	ГорСЭС, г.Москва	:	: ГорСЭС, г.Москва
13. : Спектрофотометрическое измерение концентрации диэтилентриаминпентаацетата меди тринатриевой соли	Армянский НИИ : ГТ и ПЗ	:	: НИИ гигиены им.Ф.Ф. Эрисмана, ВНИИХСЭР
14. : Газохроматографическое измерение концентрации карбамил-3(5)-метилпиразола	НИИ гигиены им.Ф.Ф. Эрисмана, ВНИИХСЭР	:	: ГорСЭС, Москва
15. : Газохроматографическое измерение концентрации триметилфосфита	ГорСЭС, Москва	:	: НИИ гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР
16. : Фотометрическое измерение концентрации цинкового комплекса нитрилотрифенилфосфоновой кислоты тринатриевой соли и расторможенного железного комплекса нитрилотрифенилфосфоновой кислоты динатриевой соли	Уфимский НИИНЕФТЕХИМ	:	: Рижский медицинский институт
17. : Газохроматографическое измерение концентрации алкилдибензидоксидов (Алотрема-1)	Рижский медицинский институт	:	: (карбоксыда)
18. : Спектрофотометрическое измерение концентрации ангидрида триэтиловой кислоты	Рижский медицинский институт	:	: (карбоксыда)
19. : Газохроматографическое измерение концентрации Бис-N,N-гексаметиленкарбамида	Рижский медицинский институт	:	: (карбоксыда)

1 :	2	:
20. : Хроматографическое измерение концентрации Бис-фосфита	Львовский : медицинститут	
21. : Газохроматографическое измерение концентрации диметилсебакината	Ростовский-на-Дону : медицинститут	
22. : Газохроматографическое измерение концентрации диметилфосфита	Львовский : медицинститут	
23. : Газохроматографическое измерение концентрации рации изопропенилацетилена	НИИ ГТ и ПЗ : АМН СССР : НПО "НАИРИТ" : г.Ереван	
24. : Фотометрическое измерение концентрации красной и желтой кровяной соли	Донецкий : медицинститут	
25. : Фотометрическое измерение концентрации ламинофора Р-385	Ставропольский : медицинститут	
26. : Газохроматографическое измерение концентрации трация монобензилтолуола	Донецкий : медицинститут	
27. : Фотометрическое измерение концентрации 3-нитро-4-хлоранилина	Казанский университет : ситет Н.И.Савельева : ва	
28. : Пламенно-фотометрическое измерение концентрации растворимых соединений рубидия	Г-ня Московский : медицинститут	
29. : Хроматографическое измерение концентрации тиаотреххлористого фосфора	Львовский : медицинститут	
30. : Газохроматографическое измерение концентрации рация тримеллитовой кислоты	Уфимский : НИИНЕФТЕХИМ	
31. : Хроматографическое измерение концентрации трия триметилфосфита	Львовский : медицинститут	
32. : Газохроматографическое измерение концентрации трация триэтилортоацетата	Университет : друзья народов : им. П.Лумумбы	
33. : Газохроматографическое измерение концентрации трация 3-феноксидбензальдегида	Университет : друзья народов : им. П.Лумумбы	
34. : Флуориметрическое измерение концентрации фенибута	Рижский медицинститут	

I :	2	:	3
35.: Полярографическое измерение концентрации: : фосфида цинка			ЦОЛИУВ, Москва : Киевский НИИ ГТ и ПЭ
36.: Фотометрическое измерение концентрации : : фталазола			ВНИХФИ, г.Купавна
37.: Хроматографическое измерение концентра- : ции хардина			Львовский : мединститут
38.: Фотометрическое измерение концентрации : : хлористого аммония			Армянский : НИИ ГТ и ПЭ
39.: Газохроматографическое измерение кон- : центрации циклогесена			НИИ ГТ и ПЭ

Приложение 4

Вещества, определяемые по ранее утвержденным
методическим указаниям

Наименование вещества	Методические Указания
I	2
Сополимеры и полимеры на основе акриловых и метакриловых мономеров	Методические указания на гравиметрическое определение пыли в воздухе рабочей зоны и в системах вентиляционных установок М., 1981, с. 235 (перезданный сборник МУ, выпуски 1-5)
Полиамфолиты ПА-I, ПА-III, ПА-12I	- " -
лагоден	- " -
оксалон	- " -
катализатор ИМ-220I	Методические указания на фотометрическое определение окиси хрома, выпуск М., 1979, с. 108
Титана сульфид и дисульфид	Методические указания по полярографическому измерению вольфрама в воздухе рабочей зоны, выпуск XIX, М., 1984, с. 13
Вольфрама сульфид и дисульфид	Методические указания по полярографическому измерению концентраций титана в воздухе рабочей зоны, выпуск XIX, М., 1984, с. 129
Сварочный аэрозоль при содержании марганца до 20 %	Методические указания на определение вредных веществ в сварочном аэрозоле (твердая фаза и газы), М., 1981, с.
Сварочный аэрозоль при содержании марганца от 20 до 30 %	:

Указатель определяемых веществ

- Алкилдифенилоксид (Алотерм-1) 86
 Алкилпропилендиамин I
 Ангидрид тримеллитовой кислоты 91
 Бис-*N,N*-гексаметиленкарбамид (карбоксид) 96
 Бис- (2-метил-3-окси-4-оксиметил-5-метилпиридил) дисульфида
 гидрокорида (пиридитол) 5
 Бис-фосфит 102
 Бутоксипутения 10
 1,10-декандикарбоновая кислота 17
 Децила 58
 Диборид магния 22
 Диборид титана-хрома 22
 Диметилсебацат 107
 Диметилфосфит 112
 Диортолифенилметан (ингибитор ВНК-А 20) 27
 Диэтилентриаминпентаацетата меди тринатриевая соль 64
 Диэтиловый спирт 58
 Изопропилацетилен 118
 Карбамид-3(5)-метилпиразол 70
 Красная и желтая кровяная соль 122
 Лаурофор Р-385 127
 Метилдизобутилкарбонат 32
 Метилцеллозоль 36
 Метилбензилтолуол 132
 3-этро-4-хлоранилин 137
 Рудидия растворимые соединения 145
 Стронция фосфорнокислая двузамещенная 42
 Тетрахлористый фосфор 150
 Тримеллитовая кислота 154
 Триметилфосфит 75
 Триэтилортоацетат 165
 Фикетол 46
 Фенибут 173
 3-феноксибензальдегид 169
 Фосфид цинка 178
 Фталазол 184

Харшин 189

Хлористый аммоний 193

Циклодеканол 50

Циклодеканон 50

Циклогексен 198

Цинковый комплекс нитрилотрифенилфосфоновой кислоты
тринатриевой соли и растворимого железного комплекса
нитрилотриметилафосфоновой кислоты динатриевой соли 80

Содержание.

1. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации алкилпропилендиаминна в воздухе рабочей зоны	1
2. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации бис-(2-метил-3-окси-4-оксиметил-4-метилпиридин) дисульфида дигидрохлорида (пиридитол) в воздухе рабочей зоны	5
3. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации бутоскибутенина в воздухе рабочей зоны	10
4. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации I, IO декандикарбоновой кислоты (I, IO ДДК) в воздухе рабочей зоны	17
5. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации диборида магния, диборида титана-хрома и металллокерамического сплава (на основе диборида титана-хрома) в воздухе рабочей зоны	22
6. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации диморфолинфенилметана (ингибитор ИИХ-Л-20) в воздухе рабочей зоны	27
7. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации метилизобутилкарбинола в воздухе рабочей зоны	32
8. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации метилцеллозолва в воздухе рабочей зоны	36
9. Методические указания по пламеннофотометрическому измерению концентраций стронция фосфорнокислого двуазмешенного в воздухе рабочей зоны	42
10. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации фенетол в воздухе рабочей зоны	46
II. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций циклодеканола и циклодеканола в воздухе рабочей зоны	50

12. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации денацила и додецилового спирта в воздухе рабочей зоны 58
13. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентрации диэтилентриаминпентацетата меди тринатриевой соли (ДТПА Zn) в воздухе рабочей зоны 64
14. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации карбамоил-3(5)-метилпиразола в воздухе рабочей зоны 70
15. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации триметилфосфита в воздухе рабочей зоны 75
16. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации цинкового комплекса нитрилотрифенилфосфоново́й кислоты тринатриевой соли и растворимого железного комплекса нитрилотриметилфосфоново́й кислоты динатриевой соли в воздухе рабочей зоны 80
17. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций алкилдифенилоксидов (Алотерма-I) в воздухе рабочей зоны 86
18. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентрации тримеллитовой кислоты в воздухе рабочей зоны 91
19. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации бис- M -гексаметиленкарбамида (карбоксида) в воздухе рабочей зоны 96
20. Методические указания по измерению концентраций бис-фосфита в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии 102
21. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации диметиласебацната в воздухе рабочей зоны 107
22. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации диметилфосфита в воздухе рабочей зоны 112

23. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации изопропенилацетилена в воздухе рабочей зоны 116
24. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации красной и желтой кровяной соли в воздухе рабочей зоны 122
25. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации ламинофора Р-385 в воздухе рабочей зоны 127
26. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации монобензилтолуола (МБТ) в воздухе рабочей зоны 132
27. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации 3 нитро-4-хлоранилина в воздухе рабочей зоны 137
28. Методические указания по пламенно-фотометрическому измерению концентрации растворимых соединений рибидия в воздухе рабочей зоны 145
29. Методические указания по измерению концентрации тиотрихлористого фосфора методом тонкослойной хроматографии в воздухе рабочей зоны 150
30. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации тримеллитовой кислоты в воздухе рабочей зоны 154
31. Методические указания по измерению концентрации трифенилфосфита методом тонкослойной хроматографии в воздухе рабочей зоны 161
32. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации триэтилортоацетата (ТЭОА) в воздухе рабочей зоны 165
33. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации 3-феноксibenзальдегида (3-ФБА) в воздухе рабочей зоны 169
34. Методические указания по флуориметрическому измерению концентрации фенибута в воздухе рабочей зоны 173
35. Методические указания по полярографическому измерению концентрации фосфида цинка в воздухе рабочей зоны 178

36. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации фталазола в воздухе рабочей зоны	184
37. Методические указания по измерению концентрации хаодина в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии	189
38. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации хлористого аммония в воздухе рабочей зоны	193
39. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации циклогексена в воздухе рабочей зоны	198
40. Приложение I	202
41. Приложение 2	203
42. Приложение 3	204
43. Приложение 4	208
44. Приложение 5	209