

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

Выпуск N 27
(в двух частях)

часть I

"Рапор" МП
Москва, 1992 г.

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РСФСР
САНИТАРНО-ЭПИДЕМИОЛОГИЧЕСКОГО НАДЗОРА**

П О С Т А Н О В Л Е Н И Е

06.02.92 г.

№ 1

Москва

**О порядке действия на территории
Российской Федерации нормативных
актов бывшего Союза ССР в области
санитарно-эпидемиологического бла-
гополучия населения**

Государственный комитет санитарно-эпидемиологического надзора при Президенте Российской Федерации на основании Закона РСФСР "О санитарно-эпидемиологическом благополучии населения" и Постановления Верховного Совета РСФСР "О ратификации Соглашения о создании Содружества Независимых Государств" от 12 декабря 1991 года **п о с т а н о в л я е т :**

Установить, что на территории России действуют санитарные правила, нормы и гигиенические нормативы, утвержденные бывшим Министерством здравоохранения СССР, в части, не противоречащей санитарному законодательству Российской Федерации.

Указанные документы действуют впредь до принятия соответствующих нормативных актов Российской Федерации в области санитарно-эпидемиологического благополучия населения.

**Председатель Госкомсанэпиднадзора
Российской Федерации**

Е.Н.Беляев

АННОТАЦИЯ

Методические указания по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны (выпуск 27 в двух частях) предназначены для 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 разрабатывают и утверждают 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 12.1.005-88 "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" 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

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

**Выпуск N 27
(в двух частях)**

часть 1

**"Рапор" МП
Москва, 1992 г.**

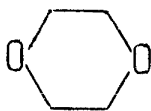
ISBN-5-87372-006-1

© "Пагор" МП 1992 г.

**Ответственные редакторы: Антонов Н.М., Мартынова Н.В.,
Подольский В.М.
Технический редактор: Федосеева О.О.**

"УТВЕРЖДАЮ"
Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР
В.И.Чибураев
28 декабря 1990 г.
N 5227-90

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
по газохроматографическому измерению концентрации
диоксана в воздухе рабочей зоны



М.м. 88,11

Диоксан - бесцветная жидкость, плотность 1,034 (20⁰/4⁰С), температура кипения 101,3⁰С, давление паров 28 мм рт.ст. (20⁰С). Хорошо растворим в воде и органических растворителях.

Диоксан - ~~да~~ наркотического действия, избирательно влияет на печень и почки, вызывая в них необратимые изменения.

В воздухе ~~находится~~ в виде паров.

ПДК в воздухе 10 мг/м³.

Характеристика метода

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

Отбор проб проводится с концентрированием на активированный уголь.

Нижний предел измерения в хроматографируемом объеме 0,02 мкг.

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

Диапазон измеряемых концентраций от 4 до 40 мг/м³.

Измерению не мешают углеводороды, ацетон, толуол.

Суммарная погрешность не превышает ±25%.

Время выполнения измерения, включая отбор проб, 20 мин.

Приборы, аппаратура, посуда

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором.
Колонка хроматографическая из нержавеющей стали, длиной 2 м и внутренним диаметром 3 мм.
Аспирационное устройство.
Поглотительные приборы с пористой пластинкой.
Пипетки, ГОСТ 20292-74, вместимостью 1, 2 и 5 мл.
Микрошприц МШ-10, ГОСТ 8043-84.
Линейка масштабная, ГОСТ 8309-75.
Лупа измерительная, ГОСТ 8309-75.
Секундомер, ГОСТ 5072-78.

Реактивы, растворы и материалы

Диоксан, ГОСТ 10455-75, чда.
Твердый носитель - целит 545, фракция 0,25-0,5 мм.
Жидкая фаза - полиэтиленгликоль 40М, 10% от массы носителя, для хроматографии.
Газообразные: азот, ГОСТ 9293-80, водород, ГОСТ 3022-80, в баллонах с редукторами.
Хлорбензол для хроматографии, ТУ 6-09-788-76.
Стандартный раствор N 1: в мерную колбу вместимостью 25 мл вносят 5 мл хлорбензола и взвешивают. Добавляют 1-2 капли диоксана, взвешивают и доводят объем до метки хлорбензолом. По результатам двух взвешиваний рассчитывают концентрацию вещества в мкг/мл. Раствор устойчив в течение 10 суток.
Стандартный раствор N 2 с концентрацией 100 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора N 1 хлорбензолом. Раствор устойчив в течение 3 суток.

Отбор пробы воздуха

Воздух с объемным расходом 0,5 л/мин аспирируют через сорбционную трубку с активированным углем в течение 10 минут. Для измерения 1/2 ПАК следует отобрать 5 л воздуха. Срок хранения герметично закрытых проб в холодильнике 7 дней.

Подготовка к измерению

Насадку для хроматографической колонки готовят из расчета 10% ПЭГ 40М от массы целита 545. Навеску ПЭГ 40М растворяют в хлороформе и приготовленным раствором заливают навеску целита. Смесь осторожно перемешивают, выдерживают 15 минут при комнатной температуре, затем растворитель отгоняют на водяной бане. Подготовленной насадкой заполняют сухую чистую хроматографическую колонку. Колонку помещают в термостат хроматографа и, не присоединяя к детектору, кондиционируют 20-24 часа. Температуру термостата постепенно повышают от 50 до 150⁰С со скоростью 20 град/час. После этого колонку присоединяют к детектору и снижают температуру до рабочей.

Градуировочные растворы с содержанием диоксана от 0,02 до 40 мг/мл готовят соответствующим разбавлением хлорбензолом стандартного раствора N 2: По 1 мкл каждого градуировочного раствора вводят в хроматограф через самоуплотняющуюся мембрану. На основании полученных хроматограмм строят градуировочный график, выражающий зависимость высоты пика (мм) от количества вещества (мкг).

Построение градуировочного графика проводят не менее чем по 6 точкам, проводя 5 параллельных определений для каждой концентрации. Условия анализа и калибровки должны быть идентичными.

Условия хроматографирования градуировочных смесей и анализируемых проб:

Температура термостата колонок 120⁰С

Температура испарителя 175⁰С

Скорость потока газа-носителя (азота) 30 мл/мин

Скорость потока водорода 30 мл/мин

Скорость потока воздуха 300 мл/мин

Скорость движения диаграммной ленты регистратора 200 мм/час

Объем анализируемой пробы 1мкл

Время удерживания диоксана 2 мин 10 сек.

Проведение измерения

После отбора пробы воздуха активированный уголь пере-сыпают в пробирку с пришлифованной пробкой и обрабатывают 1 мл хлорбензола. Через 15 минут раствор в количестве 1 мкл вводят в хроматограф, вычисляют площадь пика и по градуировочному графику находят количество определяемого компонента. Степень десорбции диоксана с активированного угля 0,95.

Расчет концентрации

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

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

а - количество вещества, найденное в анализируемом объеме поглотительного раствора по градуировочному графику, мкг;

в - общий объем поглотительного раствора, мл;

б - объем поглотительного раствора, взятый для анализа, мл;

V - объем воздуха (в л), отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям (см. Приложение 1).

СО Д Е Р Ж А Н И Е

стр.

1. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций адамантакарбонной кислоты в воздухе рабочей зоны (НИИ лексредств). 3
2. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций аминов фракции C₁₀-C₁₆ и алкилдиметиламинов фракции C₁₀-C₁₆ в воздухе рабочей зоны (НПО "Синтез ПАВ"). 8
3. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций алсумина в воздухе рабочей зоны (Институт химии растительных веществ АН УзССР). 13
4. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций амиридина в воздухе рабочей зоны (НИИ лексредств). 17
5. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций N-ацетил-2,6-дихлордифениламина в воздухе рабочей зоны (НИИ лексредств). 21
6. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций бензола II в воздухе рабочей зоны (Узбекский НИИ санитарии, гигиены и ПЗ). 25
7. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций бензерафина в воздухе рабочей зоны (Институт химии растительных веществ АН УзССР). 29
8. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций бензойной кислоты в воздухе рабочей зоны (НИИ лексредств). 33
9. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций бензола и гексана в воздухе рабочей зоны с применением для отбора пассивных дозиметров (НИИ ГТиПЗ АМН СССР). 37
10. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций бора в воздухе рабочей зоны (п/я Г-4236). 42
11. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций элементарного бора в воздухе рабочей зоны (Свердловский МНЦП и ОЗ рабочих предприятий). 47

12. Методические указания по измерению концентраций бромантана в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (НИИ лекарственных). 51
13. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций "ВРП-1" (водорастворимого полиэлектролита) в воздухе рабочей зоны (Узб. НИИ санитарии, гигиены и ПЗ). 55
14. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций гидроксохлорида рутения в воздухе рабочей зоны (1 мединститут, ГОСНИИХЛОПРОЕКТ). 59
15. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций диалкилфталата C810 (ДАФ810) в воздухе рабочей зоны (ВНИИХИМпроект). 63
16. Методические указания по хроматоспектрофотометрическому измерению концентраций 2,2-дибензотиазолдисульфида (альтакса) в воздухе рабочей зоны (Узбекский НИИ санитарии, гигиены и ПЗ). 67
17. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций N,N'-диметил-(3,5-дитретбутил-4оксибензил)-амина (агидола-3) в воздухе рабочей зоны (Башкирский мединститут). 71
18. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций диметилового эфира метилдодецендикарбоновой кислоты в воздухе рабочей зоны (Ростовский-на-Дону мединститут). 76
19. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 2-(2,4-динитрофенил)тиобензтиазола (ДНТБ) в воздухе рабочей зоны (Узбекский НИИ санитарии, гигиены и ПЗ). 80
20. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций диоксана в воздухе рабочей зоны (НИИ ГТиПЗ АМН СССР). 84
21. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций дисвинцецикель-дисалицилатдигидроксида в воздухе рабочей зоны (Ростовский-на-Дону мединститут). 88

22. Методические указания по газохроматографическому измерению N,N'-дитиодиморфолина в воздухе рабочей зоны (Узбекский НИИ санитарии, гигиены и ПЗ). 93
23. Методические указания по измерению концентраций дифенама-4Н в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии (Узбекский НИИ санитарии, гигиены и ПЗ). 97
24. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 1,5-дифеноксиантрахинона в воздухе рабочей зоны (НИИ ГТиПЗ, Харьков). 101
25. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 2,6-дихлорацетанилида в воздухе рабочей зоны (НИИ лексредств). 105
26. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 1,3-дихлор-5,5-диметилгидантоина (дихлорантина) в воздухе рабочей зоны (ГОСНИИХлорпроект). 109
27. Методические указания по измерению концентраций 2,6-дихлордифениламина в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии (НИИ лексредств). 113
28. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций 2,6-дихлор-4-нитроацетанилида в воздухе рабочей зоны (НИИ лексредств). 117
29. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 1-(2,6-дихлорфенил)-2-индолинона в воздухе рабочей зоны (НИИ лексредств). 121
30. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций добезилата кальция в воздухе рабочей зоны (НИИ лексредств). 126
31. Методические указания по измерению концентраций ингибитора ВНХ-101 методом тонкослойной хроматографии в воздухе рабочей зоны (Киевский НИИ гигиены труда и профзаболеваний). 130
32. Методические указания по измерению концентраций ингибитора АНХ-А-210 (фтористого циклогексиламмония) в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии (Киевский НИИ гигиены труда и профзаболеваний). 135
33. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций изоникотиновой кислоты в воздухе рабочей зоны (НИИ лексредств). 139

34. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций индена в воздухе рабочей зоны (НИИ ГТиПЗ АМН СССР). 143
35. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций изоамилового спирта в воздухе рабочей зоны (Азербайджанский НИИ ГТиПЗ). 147
36. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций итаконовой кислоты в воздухе рабочей зоны (Куйбышевский медицинский институт, НПО "Наирит"). 151
37. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций 2-карбэтоксамино-10-(β -хлорпропиония)-фенотиазина в воздухе рабочей зоны (НИИ лексредств). 155
38. Методические указания по измерению концентраций красителей дисперсного оранжевого 2К полиэфирного, дисперсного алого полиэфирного, дисперсного рубинового полиэфирного в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии (НИИ ГТиПЗ, Харьков). 159
39. Методические указания по измерению ксилита в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии (Узбекский НИИ санитарии, гигиены и ПЗ). 164
40. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации люминофора Р-14 в воздухе рабочей зоны (Ставропольский мединститут). 168
41. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций люминофора ФЛ-543-1 в воздухе рабочей зоны (Ставропольский мединститут). 172
42. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций люминофора ФГИ-627/593-1 в воздухе рабочей зоны (Ставропольский мединститут). 177
43. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций мерказолила (2-меркапто-1-метилимидазол) в воздухе рабочей зоны (НИИ ГТиПЗ АМН СССР). 182
44. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций α -метилбензилового эфира ацетоуксусной кислоты и α -метилбензилового эфира

2-хлорацетоуксусной кислоты в воздухе рабочей зоны (Куйбышевский НИИ гигиены).	186
45. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций α -метилбензилового спирта в воздухе рабочей зоны (Куйбышевский НИИ гигиены).	191
46. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций метилдиэтанолamina в воздухе рабочей зоны (Ленинградский НИИ ГТиПЗ).	195
47. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций метилизоцианата в воздухе рабочей зоны (НИИ ГТиПЗ АМН СССР).	200
48. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций метилового эфира п-оксибензойной кислоты (нипагина) в воздухе рабочей зоны (ВНИИ Антибиотиков, Ленинград).	206
49. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций 2-метил-3-окси-4,5-дихлор метилпиридина гидрохлорида (дихлорид) в воздухе рабочей зоны (Новокузнецкий филиал НИХФИ).	210
50. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций метоксихлора в воздухе рабочей зоны (Белорусский санитарно-гигиенический институт).	215
51. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций мидантана в воздухе рабочей зоны (НИИ лекарств).	219
52. Методические указания по измерению концентраций монохлоркетона и дихлоркетона методом тонкослойной хроматографии в воздухе рабочей зоны (ВНИИГИНТОКС, Киев).	224
53. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 4-морфолино-2,5-диоксизтил-бензолдiazоний тетрафторбората и 4-морфолино-2,5-дибутоксизтил-бензолдiazоний тетрафторбората в воздухе рабочей зоны (Белорусский санитарно-гигиенический институт).	228
54. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций натриевой соли ди-н-пропилуксусной кислоты (ацедипрол) в воздухе рабочей зоны (Новокузнецкий филиал НИХФИ).	233

55. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 4-нитро-2-аминофенола и 5-нитро-2-аминофенола в воздухе рабочей зоны (НИИ ГТИПЗ АМН СССР).

238

Продолжение см. во II части сборника "Методические указания по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны" в. 27.

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

Выпуск N 27 (в двух частях) часть 1.

М.: МП "Рарог", 1992. - 252 с.

Формат 60x84/16. Бумага офсетная. Гарнитура "Балтика". Печать офсетная. Усл. печ. л. 16. Тираж 2500. 1 часть. Заказ 1156.

Типография Минстанкопрома

д. 132.