

Министерство здравоохранения СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

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

(переработанные и дополненные техни-
ческие условия, **ВЫПУСКИ № 6-7**)

Москва, 1982 г.

Сборник методических указаний составлен на основе ранее опубликованных выпусков технических условий № 6-7. Включенные в сборник методики переработаны в соответствии с требованиями ГОСТ'a И2.1.005-76. Некоторые устаревшие методики заменены новыми.

Настоящие Методические указания распространяются на определение содержания вредных веществ в воздухе промышленных помещений при санитарном контроле и имеют ту же юридическую силу, что и Технические условия.

Методические указания подготовлены сотрудниками лаборатории санитарно-химических методов исследования Института гигиены труда и профессиональных заболеваний АМН СССР.

Редакционная коллегия: М.Д.Бабяна, С.И.Муравьева,
Т.В.Соловьева, В.Г.Овечкин

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного Государственного санитарного врача СССР

А.И. Замченко

" 12 " 11.02.66 196 г.

№ 2566

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ
АКРИЛОВОЙ И МЕТАКРИЛОВОЙ КИСЛОТ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ
ЗОНЫ*

Акриловая кислота	$\text{CH}_2=\text{CH}-\text{COOH}$	M=72,06
Метакриловая кислота	$\text{CH}_2=\text{C}/\text{CH}_3/\text{COOH}$	M=86,09

I. Характеристика метода

Определение основано на использовании газо-жидкостной хроматографии на приборе с пламенно-ионизационным детектором.

Отбор проб проводится с концентрированием в воду.

Предел измерения в анализируемом объеме пробы - 0,015 мкг.

Предел измерения в воздухе - 2,5 мг/м³ /при отборе 6 л/.

Диапазон измеряемых концентраций 2,5-15 мг/м³.

Определению не мешают метиловый спирт, муравьиная, уксусная и масляная кислоты, органические растворители.

Граница суммарной погрешности метода не превышает $\pm 7\%$.

* Методика апробирована при исследовании воздушной среды на производстве бетонополимерных плит на основе олигоэфиракрилатов.

Предельно допустимая концентрация акриловой кислоты в воздухе 5 мг/м^3 , метакриловой кислоты 10 мг/м^3 .

2. Реактивы, растворы и материалы.

Акриловая кислота, МРТУ 6-09-5886-69, ч. свежешеп-

Метакриловая кислота МРТУ 6-0917-68, ч. регзанине

Основные растворы акриловой и метакриловой кислот с содержанием 200 мкг/мл .

Газообразные: аргон, водород и воздух в баллонах с редукторами.

Твердый носитель: Хроматон *M-AW-DMCS* / фракция $0,25-0,2 \text{ мм}$ / обработанный 3% ортофосфорной кислотой.

Жидкая фаза: Дидетилгликольсукцинат / ДЭГС / , 10% от массы твердого носителя.

Ортофосфорная кислота, ГОСТ 6552-58 / 85% / , ч.д.

Спирт этиловый, ГОСТ 5963-67.

Хлороформ, ГОСТ 215-74, ч.д.

3. Приборы и посуда.

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором.

Колонка стеклянная длиной 2 м и внутренним диаметром 4 мм.

Шкаф сушильный.

Аспирационное устройство.

Микрошприц на 10 мкл.

Ротационный испаритель.

Поглотительные сосуды Рихтера или с пористой пластиной.

Секундомер.

Лупа измерительная.

Круглодонные колбы на 100 мл.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, емкость 25 и 50 мл.

4. Проведение измерения.

Условия отбора проб воздуха.

Воздух со скоростью 0,5 л/мин. аспирируют через два последовательно соединенные сосуда Рихтера или с пористой пластинкой, содержащие по 3 мл дистиллированной воды. Поглотительные приборы охлаждают водой со льдом.

Для определения 1/2 ДДК акриловой и метакриловой кислот достаточно отобрать 6 л воздуха.

Подготовка сорбента в условиях анализа.

Хроматон М-АВ-2м.с. / 6 г / заливают в круглодонной колбе раствором 85%-ной орто-фосфорной кислоты / 0,17 г / в спирте / 20 мл /, растворитель отгоняют под вакуумом на водяной бане с использованием ротационного испарителя, а носитель высушивают от влаги, содержащейся в орто-фосфорной кислоте, в сушильном шкафу при 150⁰ С в течение одного часа.

После вышеописанной обработки носитель / 5 г / заливают в круглодонной колбе раствором диэтилглицольсукцината / 0,5 г / и хлороформа, который затем отгоняют на ротационном испарителе. Сухой насадкой под давлением или под вакуумом набивают колонку. Заполненную колонку кондиционируют в токе газа-носителя при температуре 200⁰ С в течение 24 часов.

Содержимое поглотителей количественно переносят в отдельные пробирки с притертой пробкой и хроматографируют.

Аликвотную часть / 3 мл / поглотительного раствора вводят через самозатягивающуюся мембрану в испаритель хроматографа.

Условия хроматографирования.

Колонка стеклянная 2 м x 0,4 см

Длина газа ДЭГ / 10% от массы твердого носителя /

Температура колонки 130⁰ С

Температурный режим изотермический.

Температура испарителя 250 С.

Температура детектора 250 С.

Скорость газа-носителя / аргона / 60 мл/мин.

Давление на входе колонки 0,5 атм.

Скорость воздуха 300 мл/мин.

Скорость водорода 30 мл/мин.

Скорость диаграммной ленты потенциометра 600 мм/час.

Объем пробы 3 мкл.

Продолжительность анализа 3 мин.

Количественный анализ проводится методом абсолютной калибровки по площадям пиков искомым веществ.

Ввиду того, что обе вышеназванные непредельные кислоты чрезвычайно склонны к реакции полимеризации, использование для калибровки их паровоздушных смесей нецелесообразно. Калибровка прибора проводится с помощью стандартных растворов кислот в воде с содержанием 5-10-20-30 мкг/мл. Делают 5 параллельных определений для каждой концентрации. График строят в координатах: площадь пика (см²) - количество вещества (мкг).

Условия анализа и калибровки должны быть идентичными.

Концентрацию акриловой или метакриловой кислот в мкг/м³ воздуха / X / вычисляют по формуле:

$$X = \frac{C_j \cdot V_1}{V \cdot V_{до}}, \text{ где}$$

C_j - количество акриловой или метакриловой кислот, найденное в анализируемом объеме V_1 мкл, мкг;

V_1 - общий объем пробы, мл;

V - объем, взятый для анализа, мл;

$V_{до}$ - объем воздуха (л), взятый для анализа и приведенный к стандартным условиям, по формуле / см. Приложение I /.

Приложение I.

Формула приведения объема воздуха
к стандартным условиям

Согласно требованиям ГОСТ'a 12.1.005-76 объем отобранного воздуха приводит к стандартным условиям - температуре 20°C и барометрическому давлению 101,33 кПа /760 мм рт.ст./ по формуле:

$$V_{20} = \frac{V_t \cdot /273 + 20/ \cdot P}{/273 + t / \cdot 101,33} , \text{ где}$$

V_t - объем воздуха, отобранный для анализа, л;

P - барометрическое давление, кПа;

t - температура воздуха в месте отбора пробы, °C.

Для упрощения расчетов используются коэффициенты K /приложение 2/, вычисленными для температур в пределах от минус 30 до плюс 30°C и давлений от 97,33 до 101,86 кПа /730-764 мм рт.ст./.

Коэффициенты К для приведения объема воздуха к стандартным условиям.

°C	Давление P, кПа/мм.рт.ст.									
	97,23/730	97,85/734	98,4/738	98,93/742	99,46/746	100/750	100,53/754	101,06/758	101,73/760	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	1,1460	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	1,0725	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	0,9999	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	0,9287	0,9339	0,9391	0,9440	0,9492	0,9542	0,9594	0,9645	0,9670	0,9723
+34	0,9168	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

Приложение 9

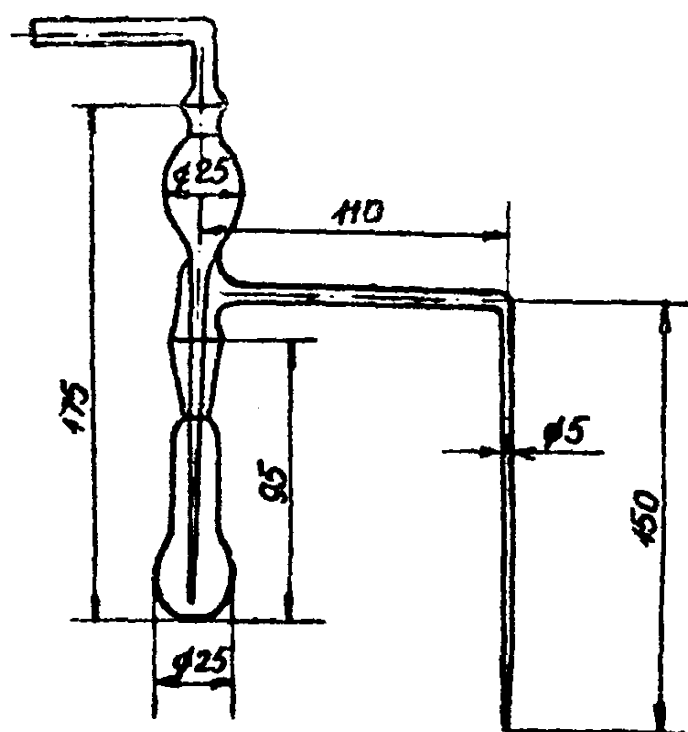


Рис. I Прибор для сжигания хлорорганических
ядовых веществ

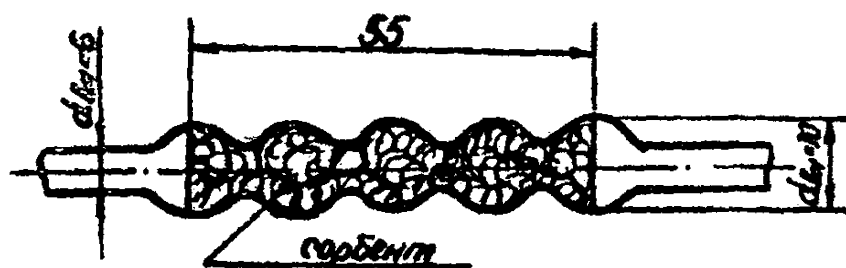


Рис. 2 Гофрированная стеклянная трубка

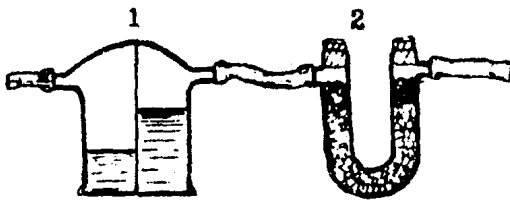


Рис. 3 Очистительная система. 1-сдланка Тищенко,
2- поглотитель с нагронной явостью.

Приложение 4.

Список институтов, представивших новые методики
в данный сборник

Наименование методики	1	Наименование института	2
Фотометрическое определение акрилонитрила		Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний	
Газохроматографическое определение акриловой и метакриловой кислот		" - "	
Фотометрическое определение аллилового спирта		" - "	
Фотометрическое определение хлористого метила и хлористого этила		" - "	
Фотометрическое определение 3,4-дихлорпропионаля		" - "	
Фотометрическое определение толуолдиамин		" - "	
Спектрофотометрическое определение карбазола		Свердловский институт гигиены труда и профзаболеваний	
Фотометрическое определение кротонного альдегида		Штаб военизированных горноспасательных частей Урала /г. Свердловск/	
Фотометрическое определение 1- и 2-метилнафталинов		Донецкий институт гигиены труда и профзаболеваний	
Фотометрическое определение аценафтена		" - "	
Фотометрическое определение коллидина		" - "	
Газохроматографическое определение метилнафталина и нафталина		Ангарский институт гигиены труда и профзаболеваний	
Фотометрическое определение хлорной ртути /с/элементы/		" - "	

1	2
Определение хлорной ртути методом атомно-абсорбционного анализа	Литовский институт гигиены труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение нафталина	Белорусский санитарно-гигиенический институт
Определение ртутьорганических соединений	Киевский институт гигиены труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение эфирсульфоната	" " "
Хроматографическое определение этилртути	ИНИИГИНТОКС
Фотометрическое определение этилртути	Ленинградский институт гигиены труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение дихлорэтана	Новосибирский санитарный институт
Фотометрическое определение окиси азота	" " "

СОДЕРЖАНИЕ

	стр.
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций этилбензена в воздухе	3
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций ацетальдегида в воздухе	7
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций акрилонитрила в воздухе	13
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций акриловой и метакриловой кислот в воздухе	16
Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций акриловой и метакриловой кислот в воздухе	20
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций аллилового спирта в воздухе	24
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций первичных алифатических аминов в воздухе	28
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 2-амино-1,3,5-триметилабензола в воздухе	33
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций п-анилина в воздухе	36
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций бериллия в воздухе	40
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций винилтолуола в воздухе	45
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций дихлорэтана в воздухе	49
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций диоксана в воздухе	53
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций дикумилметана в воздухе	58
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций диметилового эфира терефталевой кислоты в воздухе	62

Методические указания по фотометрическому измерению концентрации динитрила адипиновой кислоты в воздухе	66
Методические указания по фотометрическому измерению концентрации 3,4-дихлорпропионанилил в воздухе	71
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций изопрена в воздухе	75
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций суммы карбониллов кобальта и продуктов их разложения в воздухе	80
Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций карбазола в воздухе	84
Методические указания по фотометрическому измерению концентрации коллидина	88
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций кароина, тиодана, атразина и хлоразина в воздухе	91
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций кротонового альдегида в воздухе	100
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций малеинового ангидрида в воздухе	105
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций окиси мезитила в воздухе	109
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 1- и 2-метилнафталинов в воздухе	113
Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций метилнафталина и нафталина в воздухе .	117
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций нафталина в воздухе	121
Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций нафталина в воздухе	125
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций нитроформа в воздухе	129
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций пентахлорacetона и гексахлорacetона	133