

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Измерение концентраций вредных
веществ в воздухе рабочей зоны**

Сборник методических указаний

МУК 4.1.0.406—4.1.0.465—96

Выпуск 33

Издание официальное

**Минздрав России
Москва•2000**

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Сборник методических указаний

МУК 4.1.0.406—4.1.0.465—96

Выпуск 33

ББК 51.21

ИЗ7

ИЗ7 Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны: Сборник методических указаний. Вып. 33.—М.: Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2000.—255 с.

ISBN 5—7508—0203—5

1. Разработаны с целью обеспечения контроля соответствия фактических концентраций вредных веществ их предельно допустимым концентрациям (ПДК) и ориентировочно безопасным уровням воздействия (ОБУВ) санитарно-гигиеническим нормативам и являются обязательными при осуществлении санитарного контроля.

2. Утверждены и. о. председателя Госкомсанэпиднадзора России (заместителем Главного государственного санитарного врача Российской Федерации 8 июля 1996 г.)

3. Разработаны и подготовлены в соответствии с требованиями ГОСТа 12.1.005—88 ССБТ "Воздух рабочей зоны. Общие санитарно-гигиенические требования", ГОСТа 12.1.016—79 ССБТ "Воздух рабочей зоны. Требования к методикам контроля измерения концентраций вредных веществ", ГОСТ Р 1.5.—92 п. 7.3, ГОСТ 8.010—90 "Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений".

4. Одобрены комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию госкомсанэпиднадзора России и Проблемной комиссией "Научные основы гигиены труда и профпатологии".

5. Предназначены для центров госсанэпиднадзора, санитарных лабораторий промышленных предприятий при осуществлении контроля за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны, а также заинтересованных министерств и ведомств.

6. Введены впервые.

Ответственный исполнитель: Г. А. Дьякова

Исполнители: Г. А. Дьякова, Л. Г. Макеева, Е. М. Малинина, С. М. Попова, Е. Н. Грицун, Т. В. Рязанцева, Г. Ф. Громова.

ББК 51.21

ISBN 5—7508—0203—5

© Федеральный центр госсанэпиднадзора
Минздрава России, 2000

Содержание

Измерение концентраций п-аминобензойной кислоты методом ВЭЖХ в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.406—96	7
Спектрофотометрическое измерение концентраций 2-амино-4,6-диметил-1,3-пиримидина в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.407—96	10
Газохроматографическое измерение концентраций 1-амино-3-пропанола в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.408—96	14
Измерение концентраций аскорбиновой кислоты методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.409—96	18
Спектрометрическое измерение концентраций аспаркама в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.410—96	22
Газохроматографическое измерение концентраций 2-бензилбензоксазола в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.411—96	26
Газохроматографическое измерение концентраций 5-бром-5-нитро-1,3-диоксана (бронидокса) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.412—96	30
Спектрофотометрическое измерение концентраций 2-бром-2-нитропропандиола-1,3 (бронитрола) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.413—96	34
Измерение концентрации версамида стеариновой кислоты (ВСК) методом тонкослойной хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.414—96	38
Измерение концентраций винной кислоты методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.415—96	42
Измерение концентраций витамина В ₁ методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.416—96	45
Газохроматографическое измерение концентраций гексаметилдисилана в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.417—96	49
Измерение концентраций 4-гидроксифенилуксус-ной кислоты методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.418—96	53
Газохроматографическое измерение концентраций глицидного эфира в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.419—96	57
Фотометрическое измерение концентраций 1-(3,4-дигидроксифенил)-2-изопропиламиноэтанола гидрохлорида (изадрина) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.420—96	61
Фотометрическое измерение концентраций 1-(3,4-дигидроксифенил)-2-метиламиноэтанола (адреналина гидротартрата) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.421—96	65
Газохроматографическое измерение концентраций диглицидилового эфира 1,4-бутандиола в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.422—96	69

Газохроматографическое измерение концентрации динитрила малоновой кислоты в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.423—96	73
Измерение концентраций N,N-динитрозопентаметилентетрамина методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.424—96	77
Измерение концентраций диоксалина (5,8-дигидро-8—5-этил-1,3-диоксола(4,5)хинолин-7-карбоновая кислота) методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.425—96	81
Спектрофотометрическое измерение концентраций (3,5-дизобутил-4-оксифенил)-пропионовой кислоты (фенозан-кислоты) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.426—96	86
Газохроматографическое измерение концентраций дифенилсульфида в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.427—96	90
Спектрофотометрическое измерение концентраций дихлорацетамидометил-6-хлорбензойной кислоты ("хлоромета") в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.428—96	94
Газохроматографическое измерение концентраций дидиклогексилового эфира янтарной кислоты в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.429—96	97
Измерение концентраций железа глицерофосфата методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.430—96	101
Фотометрическое измерение концентраций иодпирона в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.431—96	105
Измерение концентраций кальция глицерофосфата методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.432—96	109
Газохроматографическое измерение концентраций карбамоил-3(5)-метилпиразола в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.433—96	113
Газохроматографическое измерение концентраций коричневого альдегида (β-фенилакриловый альдегид) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.434—96	117
Газохроматографическое измерение концентраций 0-метилбутиролактама в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.435—96	121
Измерение концентраций метилового эфира 4-диметиламино-2-метоксибензойной кислоты (I), 5-нитро-4-диметиламино-2-метоксибензойной кислоты (II) и метилового эфира 5-нитро-4-диметиламино-2-метоксибензойной кислоты (III) методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.436—96	125
Газохроматографическое измерение концентраций метилового эфира хризантемовой кислоты в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.437—96	129

Спектрофотометрическое измерение концентраций (2-Метил-3-окси-4,5 (оксиметил)-пиридина гидрохлорид, пиридоксина гидрохлорид (Витамин В6) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.438—96	133
Спектрофотометрическое измерение концентраций метилсульфата 1-метил-5-хлор-3-фенилантранила (метилсульфата антранила) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.439—96	137
Спектрофотометрическое измерение концентраций 2-метоксикарбонилбензосульфида в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.440—96	141
Полярографическое измерение концентраций метронидазола в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.441—96	145
Измерение концентраций метронидазола и 2-метил-4(5)-нитроимидазола методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.442—96	149
Измерение концентраций модификатора РУ методом тонкослойной хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.443—96	154
Спектрометрическое измерение концентраций натриевой соли поливинилтетразола (натрий ПВТ) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.444—96	157
Измерение концентраций натрия лимоннокислого методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.445—96	161
Фотометрическое измерение концентраций нитрата натрия в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.446—96	165
Измерение концентраций 3-нитробензойной кислоты методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.447—96	169
Фотометрическое измерение концентрации 3-нитродифениламина в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.448—96	173
Измерение концентраций октадециламида-4-бром-1-гидрокси-2-нафтойной кислоты (компоненты Н-500) и октадециламида-1-гидрокси-2-нафтойной кислоты (вещества 1-Г-3) методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.449—96	177
Фотометрическое измерение концентраций осмия в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.450—96	181
Спектрофотометрическое измерение концентрации пара-уретиланбензолсульфида в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.451—96	186
Газохроматографическое определение концентраций пирролидона-2 в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.452—96	190
Газохроматографическое измерение концентраций пихтового масла в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.453—96	194

Измерение концентраций сахарина и п-гидроксibenзойной кислоты методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.454—96.....	199
Фотометрическое измерение концентраций сульфаниловой кислоты в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.455—96.....	203
Газохроматографическое измерение концентраций тиоуксусной кислоты в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.456—96.....	207
Газохроматографическое измерение концентраций тиофенола в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.457—96.....	210
Спектрофотометрическое измерение концентраций DL-α-трихлорацетиламино-β-окси-п-нитропропиофенона (ХАП) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.458—96.....	214
Газохроматографическое измерение концентраций N-(2-фурил)-пиперазина в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.459—96.....	218
Измерение концентраций хлорангидрида 5-нитро-4-диметиламино-2-метоксibenзойной кислоты методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.460—96.....	222
Спектрофотометрическое измерение концентраций 5-хлор-3-фенилантрацила в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.461—96.....	226
Газохроматографическое измерение концентрации 1,2-эпоксioктена-7 в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.462—96.....	230
Спектрофотометрическое измерение концентраций этилового эфира ди-(4-оксикумаринил-3)-уксусной кислоты (неодикумарин) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.463—96.....	236
Газохроматографическое определение концентраций эмбихина в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.464—96.....	240
Газохроматографическое измерение концентраций этилового эфира хлоругольной кислоты (этилхлорформиата) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.0.465—96.....	245

Нижний предел измерения в хроматографируемом объеме — 0,025 мкг.

Нижний предел измерения в воздухе — 1,5 мг/м³ (при отборе 50 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций в воздухе — от 1,5 до 30 мг/м³.

Измерению не мешают параформ, бронитрол, изопропиловый спирт.

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

Время выполнения измерения, включая отбор проб, — около 45 мин.

Приборы, аппаратура, посуда

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором

Хроматографическая колонка из нержавеющей стали, длиной 1 м и диаметром 3 мм

Аспирационное устройство

Микрошприц МШ-10

Фильтродержатели

Колбы мерные, вместимостью 25 и 100 мл

Пипетки, вместимостью 1, 2, 5 мл

Бюксы, вместимостью 10 мл

Лупа измерительная

Секундомер

Линейка измерительная

ГОСТ 8043—75

ТУ 95.7205—77

ГОСТ 1770—74

ГОСТ 20292—74

ГОСТ 7148—70

ГОСТ 8304—75

ГОСТ 5072—79

ГОСТ 427—75

Реактивы, растворы, материалы

5-бром-5-нитро-1,3-диоксан с содержанием основного вещества 98 %

Ацетон, х. ч.

Хроматон N-AW (0,16—0,20 мм) с 5 % SE-30

Фильтры бумажные, мелкопористые, обеззоленные, "синяя лента", диаметром 7 см

Азот

Водород

Воздух в баллонах в редукторах

ГОСТ 2603—71

ТУ 6—09—1678—72

ГОСТ 9293—74

ГОСТ 3022—80

ГОСТ 11882—73

Стандартный раствор бромидокса с концентрацией 1 мг/мл готовят растворением точной навески (100 мг) в ацетоне в мерной колбе, вместимостью 100 мл. Раствор устойчив в течение суток в холодильнике при температуре 4 °С.

Отбор пробы воздуха

Воздух с объемным расходом 10 л/мин аспирируют через бумажный фильтр, укрепленный в фильтродержателе. Для измерения 1/2 ПДК следует отобрать 50 л воздуха. Срок хранения отобранных проб – 3 суток в бьюксах при комнатной температуре.

Подготовка к измерению

Хроматографическую колонку заполняют готовой насадкой 5%-ным SE-30 на хроматоне N-AW и кондиционируют в токе газа-носителя (скорость газа-носителя – 30—40 мл/мин) при отключенном детекторе, постепенно поднимая температуру от 50 до 180 °С со скоростью 10 °С/ч. Колонку выдерживают при конечной температуре в течение 20 ч. Общую подготовку прибора проводят согласно инструкции.

Градуировочные растворы с содержанием бренидокси от 0,025 до 0,5 мг/мл готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора ацетоном. Градуировочные растворы устойчивы в течение 5 ч.

1 мкл градуировочного раствора вводят в испаритель хроматографа через самоуплотняющуюся мембрану. На основе полученных хроматограмм строят градуировочный график зависимости площади пика (мм²) от его количества (мкг). Построение градуировочного графика проводят по 6 точкам, проводя 5 параллельных определений для каждой концентрации.

Условия хроматографирования градуировочных растворов и анализируемых проб:

температура колонки	100 °С;
температура испарителя	300 °С;
скорость потока газа-носителя (азота)	30 мл/мин;
скорость потока водорода	30 мл/мин;
скорость потока воздуха	300 мл/мин;
скорость движения диаграммной ленты	200 мм/ч;
объем вводимой пробы	1 мкл;
время удерживания бренидокси	3 мин 45 с.

Проведение измерения

Фильтр с отобранной пробой помещают в бьюкс, заливают 3 мл ацетона и выдерживают при комнатной температуре 10 мин, периодически встряхивая. Степень десорбции бренидокси составляет 98 %. Затем 1 мкл раствора микрошприцем вводят в испаритель хроматографа, отжимают и удаляют.

На записанной хроматограмме измеряют площадь пика и по градуировочному графику находят количество бренидокса.

Расчет концентрации

Концентрацию бренидокса (C) в воздухе (мг/м^3) вычисляют по формуле:

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

a – количество бренидокса, найденное в анализируемом объеме пробы раствора по градуировочному графику, мкг;

v – общий объем пробы, мл;

b – объем пробы, взятой для анализа, мл;

V – объем воздуха, отобранного для анализа и приведенного к стандартным условиям, л (см. приложение 1).

Методические указания разработаны НИИСДВ.

**Приведение объема воздуха к стандартным условиям
(температура 20 °С и давление 760 мм рт. ст.)**

проводят по формуле

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

V_i – 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_i на соответствующий коэффициент.

Коэффициенты для приведения объема воздуха к стандартным условиям

Давление P, кПа/мм рт. ст.										
°C	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	1,101,86/ 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	1,0726	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	0,0198	1,0253	1,0309	1,0363	1,0419	1,0475	1,0502	1,0557

Продолжение приложения

+10	0,9944	0,9999	0,0054	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	1,9989	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	1,9985
+24	0,9475	0,9527	0,9579	0,9631	0,9683	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	1,9917
+26	0,9412	0,9464	0,9516	0,9566	0,9618	0,9669	0,9721	0,9773	0,9799	1,9851
+28	0,9349	0,9401	0,9453	0,9503	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	1,9785
+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	0,9199	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,9421	0,9471

Приложение 3

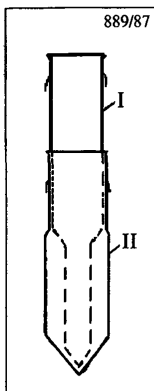


Рис. 1
Ловушка-концентратор.
Общий вид.

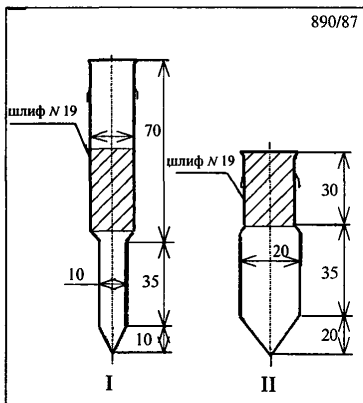


Рис. 2
Ловушка-концентратор.

**Вещества, определяемые по ранее утвержденным
методическим указаниям**

Название вещества	Методические указания
1. Аммоний винно-кислый кислый	Методические указания на фото- метрическое определение аммиака: Сб. МУ в. 1—5.—М., 1981.—58 с. К = 9,82
Аммоний винно-кислый	Методические указания на фото- метрическое определение аммиака: Сб. МУ в. 1—5.—М., 1981.—58 с. К = 5,41
2. Калий винно-кислый Калий виннокислый кислый	Методические указания по измере- нию концентраций сульфата калия, калийной магнезии и хлорида калия в воздухе рабочей зоны: Сб. МУ, в. 22.—М., 1988.—182 с. К = 2,9 и 4,82
3. Калий сурьмоксид винно-кислый	Методические указания по поляро- графическому измерению концен- траций сурьмы в воздухе рабочей зоны: Сб. МУ, в. 8.—М., 1983.—90 с. К = 2,66
4. Натрий винно-кислый кислый	Методические указания по измере- нию концентраций натрия сульфата в воздухе рабочей зоны методом атомно-абсорбционной спектрофо- тометрии: Сб. МУ, в. 21.—М., 1986.—135 с. К = 7,48
Натрий винно-кислый	Методические указания по измере- нию концентраций натрия сульфата в воздухе рабочей зоны методом атомно-абсорбционной спектрофо- тометрии: Сб. МУ, в. 21.—М., 1986.—135 с. К = 4,22

Калий-натрий винно-кислый

Методические указания по измерению концентраций натрия сульфата в воздухе рабочей зоны методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии: Сб. МУ, в. 21.—М., 1986.—135 с.

$K = 3,39$

5. Полиметилмочевина

Методические указания по гравиметрическому определению пыли в воздухе рабочей зоны и в системах вентиляционных установок: Сб. МУ, в. 1—5.—М., 1981.—235 с.

6. Трифторметансульфофторид (фторангидрид трифторметансульфоокислоты)

Методические указания на фотометрическое определение фторорганических соединений: Сб. МУ, в. 1—5.—М. 1981.—187 с.

$K = 2$

7. Хлоргидрат изонипекотиновой кислоты

Методические указания на фотометрическое определение диэтиламина в воздухе: Сб. МУ, в. 1—5.—М., 1981.—123 с. Отбор проб на фильтр со скоростью 2 л/мин.

**Измерение концентраций вредных
веществ в воздухе рабочей зоны**

**Методические указания
МУК 4.1.0.406—4.1.0.465—96**

Выпуск 33

Редактор Максакова Е. И.
Технический редактор Гарри Д. В.
Набор Юшкова Т. Г., Климова Г. И.
Подписано в печать 8.06.00

Формат 60х88/16

Тираж 3000 экз.

Печ. л. 16,0
Заказ 6784

ЛР № 021232 от 23.06.97 г.
Министерство здравоохранения Российской Федерации
101431, Москва, Рахмановский пер., д. 3

Оригинал-макет подготовлен к печати
Издательским отделом
Федерального центра госсанэпиднадзора Минздрава России
125167, Москва, проезд Аэропорта, 11
Отделение реализации, тел.: 198-61-01

Отпечатано с оригинал-макета в филиале Государственного ордена
Октябрьской Революции, ордена Трудового Красного Знамени
Московского предприятия "Первая Образцовая типография"
Министерства Российской Федерации по делам печати,
телерадиовещания и средств массовых коммуникаций
113114, Москва, Шлозовая наб., 10