МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

Выпуск XVII

Москва, 1981 г.

gost.e-ecolog.ru

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

Выпуск XVII

Москва, 1981 г.

Сборник методических указаний составлен методической секцией по промышленно-санитарной химии при проблемной комиссии "Научные основы гигиены труда и профессиональной патологии".

Настоящие методические указания распространяются на определение содержания вредных веществ в воздухе промышленных помещений при санитарном контроле.

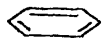
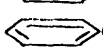
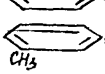
Редакционная коллегия: В.Б.Дорогова, М.Д.Бабина, В.Г.Овечкин, В.А.Хомутова, Г.В.Медведева

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Главного
Государственного
санитарного врача СССР
_____ А.И.ЗАЙЧЕНКО
"18" марта 1981г.
№ 2328-81

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СУММАРНОГО СОДЕРЖАНИЯ ПАРАФИНОВЫХ УГЛЕВОДОРОДОВ C_1–C_{10} И АРОМАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ В ВОЗДУХЕ

Таблица 16

Физические свойства компонентов

Углеводороды	Структурн. формула	Молекулярный вес	Т кип. °С	Упругость пара г/мл	Агрегат. состояние
Метан	CH_4	16	-161,58	d^{-150}_{4}=0,4069[1]	газ
Этан	CH_3–CH_3	30	- 88,63	d^{-100}_{4}=0,5612[1]	газ
Пропан	CH_3–CH_2–CH_3	44	- 42,06	d^{-40}_{4}=57,94[1]	газ
н-бутан	CH_3–$(CH_2)_2$–CH_3	58	- 0,50	0,5789[1]	газ
н-пентан	CH_3–$(CH_2)_3$–CH_3	72	36,073	0,6262	жидк.
н-гексан	CH_3–$(CH_2)_4$–CH_3	86	68,740	0,7270	жидк.
н-гептан	CH_3–$(CH_2)_5$–CH_3	100	98,423	0,6838	жидк.
н-октан	CH_3–$(CH_2)_6$–CH_3	114	125,665	0,7025	жидк.
н-нонан	CH_3–$(CH_2)_7$–CH_3	128	150,798	0,7176	жидк.
н-декан	CH_3–$(CH_2)_8$–CH_3	142	174,123	0,67264	жидк.
бензол		80	80,100	0,8790	жидк.
толуол		92	110,626	0,8669	жидк.
м-ксилол		106	139,103	0,8642	жидк.

I. Общая часть

I. Определение основано на использовании газожидкостной хроматографии на приборе с пламенно-ионизационным детектором.

Отбор проб без концентрирования.

2. Предел обнаружения мкг в анализируемом объеме.

3. Предел обнаружения в воздухе 0,5 мг/м^3 (расчетный).

4. Погрешность определения ± I0%.

5. Диапазон измеряемых концентраций 0,5–300 мг/м^3.

6. Определению не мешают примеси соединений углерода неорганического характера.

7. Предельно-допустимые концентрации в воздухе парафиновых углеводородов C_I–C_{IO} (в пересчете на С) – 300 мг/м^3, бензола – 5 мг/м^3 толуола – 50 мг/м^3, о, м и п-ксилола – 50 мг/м^3.

II. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые реактивы.

Толуол, ч.д.а., ГОСТ 5789–69.

Бензол, х.ч., ГОСТ 5955–75.

Диатомитовый кирпич ИНЗ–600, фракция 0,I4–0,25 мм.

Трипропионитрилам: .

Ацетон, х.ч., ГОСТ 2603–7I.

Соляная кислота, х.ч., ГОСТ I277–63.

Газообразный водород в баллонах с редукторами.

Газ углеводородный, сжиженный, топливный для коммунально-бытового потребления, ГОСТ 20448–75.

9. Применяемые посуда и приборы

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором.

Колонка из нержавеющей стали, длиной Iм, диаметром 3 мм.

Аспирационное устройство.

Пипетки газовые, ГОСТ I8954–73, емкостью 250–500 мл.

Шприцы ветеринарные, емкостью 20–I00 мл.

Баллон АзРА, объемом 2 л.

Весы технические и аналитические типа ВЛА–200–2 М .

Шкаф сушильный с нагревом до 200°С.

Набор сит "Химприбор".

Секундомер, ГОСТ 5072–67.

Генератор водорода СГС–2.

III. Отбор проб воздуха

10. Воздух со скоростью 1-2 л/мин протягивают через газовые пипетки. Необходимо протянуть десятикратный объем воздуха. Анализы рекомендуется проводить в день отбора проб.

IV. Описание определения

11. Диатомитовый кирпич ИНЗ-600 измельчают, отсеивают фракцию 0,14 - 0,25 мм, отмывают дистиллированной водой от пыли и обрабатывают концентрированной соляной кислотой в течение 3 часов. После обработки кирпич отмывают дистиллированной водой до отрицательной реакции на ионы хлора.

Обработанный носитель сушат при 200°С в течение 6 часов и прокаливают при 1000°С 4-5 часов.

Неподвижную фазу - трипропионитриламин, взятую в количестве 20% к весу носителя, растворяют в ацетоне. В полученный раствор вносят носитель, который выдерживают в течение 1 часа в этом растворе. Затем растворитель испаряют, нагревом колбы на воздушной бане, при постоянном перемешивании до сухого состояния вещества. Подготовленным сорбентом заполняют чистую сухую колонку. Заполнение колонки осуществляют с применением вакуума. Колонку кондиционируют в термостате прибора при 100°С в течение 10 часов. Прибор готовят к работе согласно инструкции. Ввод пробы осуществляют через самоуплотняющуюся мембрану в течение 1-2 сек. Всю серию анализов необходимо проводить с одним и тем же шприцем и постоянным объемом пробы.

При вводе пробы через кран дозатор вытеснение ее из пипетки в калиброванный объем петли осуществляется насыщенным раствором $CaCl_2$.

Условия анализа

Длина колонки	1 м
Диаметр колонки	3 мм
Твердый носитель	Диатомитовый кирпич ИНЗ-600
Жидкая фаза	ТПНА (20%)
Температура колонки	100°С
Температура испарителя	100°С
Газ-носитель	воздух
Скорость потока газа-носителя	20-25 мл/мин
Скорость потока водорода	30 мл/мин

Скорость потока воздуха на горение	300 мл/мин
Скорость диаграммной ленты	600 мм/час
Объем вводимой пробы	3 мл
Продолжительность анализа	6 мин

Относительные удерживаемые объемы углеводородов приведены в таблице. I7.

Таблица

Относительные времена удерживания

№	Компонент	$V_{отн}$
1.	Метан	0,017
2.	Этан	0,023
3.	Пропан	0,032
4.	н-Бутан	0,044
5.	н-Пентан	0,061
6.	н-Гексан	0,084
7.	н-Гептан	0,116
8.	н-Октан	0,159
9.	н-Нонан	0,256
10.	н-Декан	0,326
11.	Бензол	1,000
12.	Толуол	1,512
13.	м-Ксилол	2,070
14.	п-Ксилол	2,070
15.	о-Ксилол	3,198

Количественное определение осуществляют методом абсолютной калибровки. Калиоровочные смеси готовят с использованием баллона от АЭРА, объемом 2 л. Баллон вакуумируют, далее шприцем через штуцер вводят точно расчитанное количество калиоровочного газа, качественный и количественный состав которого предварительно проверяют, после чего баллон АЭРА заполняют из 40 литрового баллона сжатым воздухом, находящимся под давлением до I50 атм.

Контроль давления в баллоне АЭРА осуществляют образцовым манометром на I50 кгс/см^2. Расчет концентраций компонентов в мг/м^3 в калибровочной смеси проводят по формуле:

$$X = \frac{V_1 \cdot \rho \cdot 10^6}{V_2 \cdot 10^3}, \text{ где}$$

V_1 - объем вводимого в баллон калибровочного компонента, мл.
ρ - плотность компонента, кг/м^3.
V_2 - объем газа-разбавителя в баллоне, л.
10^6, 10^3 - переводные коэффициенты.

Для построения калибровочного графика проводится 5-кратное хроматографирование приготовленной калибровочной смеси.

По данным анализа строят калибровочный график зависимости площади пика от его концентрации. Площади пиков определяют путем умножения высоты пика на его ширину, измеренную на половине высоты.

Концентрацию парафиновых углеводородов в мг/м^3 воздуха (х) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{K \cdot S \cdot 10^3}{V_{20}}, \text{ где}$$

K - относительный коэффициент чувствительности для углеводородов, мг/мм^2.
S - площадь пика, мм^2
V_{20} - объем воздуха в л, взятый для анализа и приведенный к стандартным условиям по формуле (см.приложение 1).

Концентрацию ароматических углеводородов, в мг/м^3 воздуха (х) вычисляют по формуле:

$$x = C_i \cdot K_i \quad , \text{ где}$$

C_i - концентрация i-го ароматического компонента, найденная из графика по площади S_i - данного компонента на хроматограмме, мг/м^3.

K_i - весовой поправочный коэффициент i-го ароматического компонента, пересчитанный относительно калибровочного компонента.

Поправочные коэффициенты ароматических углеводородов для пламенно-ионизационного детектора (относит. пропана) приведены в таблице 18.

Таблица 18

№	Компонент	Поправочный коэффициент
1.	Бензол	0,885
2.	Толуол	0,891
3.	м-ксилол	0,903
4.	п-ксилол	0,903
5.	о-ксилол	0,903

Приведение объема воздуха к стандартным условиям проводят по следующей 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 (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_t на соответствующий коэффициент.

К О Э Ф Ф И Ц И Е Н Т Ы

для приведения объёма воздуха к стандартным условиям: температура + 20°С и атмосферное давление 101,33 кПа

°С	Давление Р, кПа										
	97,33	97,86	98,40	98,93	99,46	100	100,53	101,06	101,33	101,86	102,40
-30	1.1582	1.1646	1.1709	1.1772	1.1836	1.1899	1.1963	1.2026	1.2058	1.2122	1.2185
-26	1.1393	1.1456	1.1519	1.1581	1.1644	1.1705	1.1768	1.1831	1.1862	1.1925	1.1986
-22	1.1212	1.1274	1.1336	1.1396	1.1458	1.1519	1.1581	1.1643	1.1673	1.1735	1.1795
-18	1.1036	1.1097	1.1158	1.1218	1.1278	1.1338	1.1399	1.1460	1.1490	1.1551	1.1611
-14	1.0866	1.0926	1.0986	1.1045	1.1105	1.1164	1.1224	1.1284	1.1313	1.1373	1.1432
-10	1.0701	1.0760	1.0819	1.0877	1.0936	1.0994	1.1053	1.1112	1.1141	1.1200	1.1258
-6	1.0540	1.0599	1.0657	1.0714	1.0772	1.0829	1.0887	1.0945	1.0974	1.1032	1.1089
-2	1.0385	1.0442	1.0499	1.0556	1.0613	1.0669	1.0726	1.0784	1.0812	1.0869	1.0925
0	1.0309	1.0366	1.0423	1.0477	1.0535	1.0591	1.0648	1.0705	1.0733	1.0789	1.0846
+2	1.0234	1.0291	1.0347	1.0402	1.0459	1.0514	1.0571	1.0627	1.0655	1.0712	1.0767
+6	1.0087	1.0143	1.0198	1.0253	1.0309	1.0363	1.0419	1.0475	1.0502	1.0557	1.0612
+10	0.9944	0.9999	1.0054	1.0108	1.0162	1.0216	1.0272	1.0326	1.0353	1.0407	1.0462
+14	0.9806	0.9860	0.9914	0.9967	1.0027	1.0074	1.0128	1.0183	1.0209	1.0263	1.0316
+18	0.9671	0.9725	0.9778	0.9830	0.9884	0.9936	0.9989	1.0043	1.0069	1.0122	1.0175
+20	0.9605	0.9658	0.9711	0.9763	0.9816	0.9868	0.9921	0.9974	1.0000	1.0053	1.0105
+22	0.9539	0.9592	0.9645	0.9696	0.9749	0.9800	0.9853	0.9906	0.9932	0.9985	1.0036
+24	0.9475	0.9527	0.9579	0.9631	0.9683	0.9735	0.9787	0.9839	0.9865	0.9917	0.9968
+26	0.9412	0.9464	0.9516	0.9566	0.9618	0.9669	0.9721	0.9773	0.9799	0.9851	0.9902
+28	0.9349	0.9401	0.9453	0.9503	0.9555	0.9605	0.9657	0.9708	0.9734	0.9785	0.9836
+30	0.9288	0.9339	0.9391	0.9440	0.9492	0.9542	0.9594	0.9645	0.9670	0.9723	0.9772
+34	0.9167	0.9218	0.9268	0.9318	0.9368	0.9418	0.9468	0.9519	0.9544	0.9595	0.9644
+38	0.9049	0.9099	0.9149	0.9198	0.9248	0.9297	0.9347	0.9397	0.9421	0.9471	0.9520

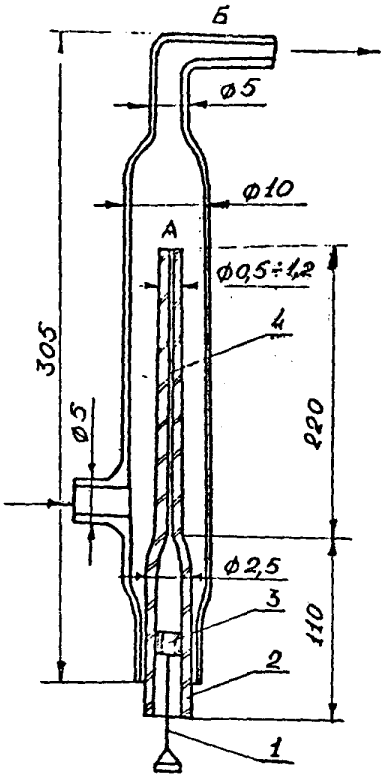


Рис.I. Установка для приготовления эталонных смесей с помощью диффузионного дозатора

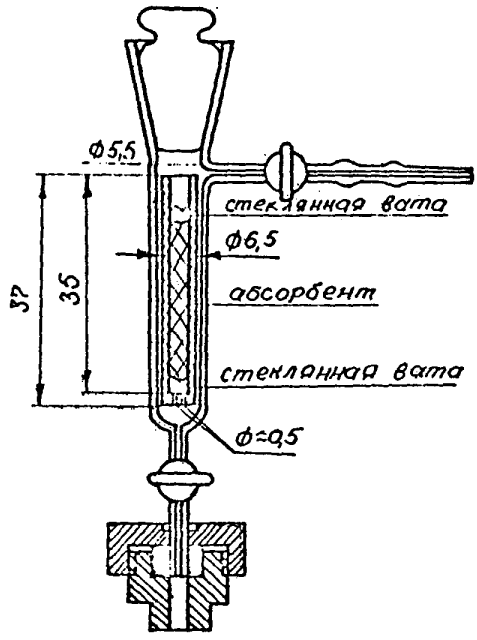


Рис.2. Устройство для ввода сконцентрированных в концентраторе проб в хроматограф.

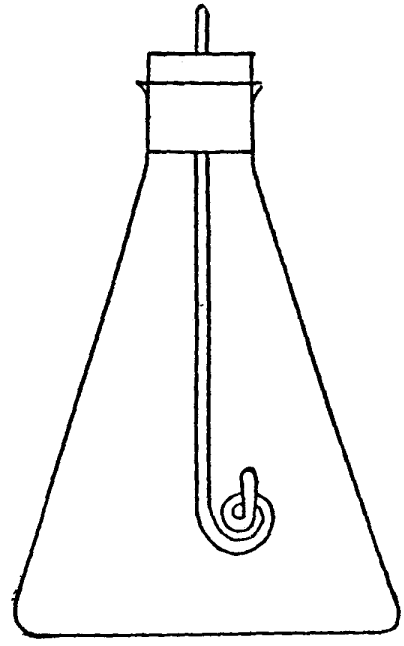


Рис.3 Колба для сжигания фильтров на определение содержания серы.

С П И С О К

институтов, представивших методики в данный сборник

№ п/п	ВЕЩЕСТВО	Наименование института
I.	Амидопирин	Харьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
2.	Афуган	ВНИИ ГИНТОКС, г.Киев
3.	Бензантрон	Харьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
4.	Бензилпенициллин	ВНИИ антибиотиков, г.Москва
5.	Бензоксазолон	Московский медицинский институт
6.	Гексахлорбутадиен	ВНИИ противофиллоксерная станция, г.Одесса
7.	Двуокись рутения	I-й медицинский институт, г.Москва
8.	Дикрил и менид	ВНИИ Гинтокс, г.Киев
9.	Диметилдихлорвинилфосфат (ДДВФ)	ВНИИ химических средств защиты растений, г.Москва.
I0.	Диметилдихлорвинилфосфат, -гексахлорциклогексан, дихлордифенилтрихлорэтан	Казанский институт охраны труда
II.	Диметилтерефталат, метилбензоат, метилтолуилат, метиловый и п-толуиловый спирты, п-толуиловый альдегид, п-толуиловая кислота, п-ксилол и дитолилметан	Ангарский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
I2.	Диметилцианамид	Университет дружбы народов им.П.Лумумбы.
I3.	I,3 - дихлорпропилен	Новосибирский санитарный институт.
I4.	3,4 - дихлорпропионанилид	Горьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний, ВНИИ хим.средств защиты растений.
I5.	Дурсбан	ВНИИГинтокс, г.Киев
I6.	Зоокумарин	Тбилисский институт гигиены труда и профзаболеваний.
I7.	Лассо СР-52223, суффикс	ВНИИГинтокс, г.Киев

I	2	3
I8.	Малоран	ВНИИГинтокс, г.Киев
I9.	Метанол в присутствии формальдегида	Новосибирский санитарный институт
20.	Метилизобутилкетон	Уфимский институт гигиены труда и профзаболеваний
2I.	Окись, гидроокись стронция	I-й Медицинский институт, г.Москва
22.	2,3-оксинафтойная кислота	Харьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
23.	Олеандомицин	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
24.	Суммарное содержание парафиновых углеводородов $C_I - C_{IO}$ и ароматических углеводородов	ВНИИ углеводородного сырья, г.Казань
25.	Пентахлорацетофенон	Львовский медицинский институт
26.	Пиримор	Киевский институт гигиены труда и профзаболеваний
27.	Рицид	ВНИИ ГИНТОКС, г.Киев
28.	Сероокись	Волгоградская СЭС
29.	Сера	Свердловский институт гигиены труда и профзаболеваний
30.	Смолистые вещества	То же
3I.	Тачигарен	ВНИИ ГИНТОКС, г.Киев
32.	Топсин НФ-35 и НФ-	То же
33.	Трехбромистый бор	Новосибирский санитарный институт
34.	I-фенил, 4-5 дихлорпиридазон	Уфимский институт гигиены труда и профзаболеваний
35.	И-фенилендималеимид	Гор. СЭС, г.Москва
36.	Фенозон и дихлорпиридазон	ВНИИ хим. средств защиты растений, г.Москва
37.	Фталан	Тбилисский институт гигиены труда и профзаболеваний
38.	Фтористый алюминий	ЦНУВ Кафедра промгигиены, г.Москва
39.	Фторотан, нигалан, диэтиловый эфир, этиловый спирт	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
40.	6-хлорбензоксазолон и хлорметил - 6-хлорбензоксазолон	Львовский медицинский институт
4I.	I-хлор - 2 этилгексан	Гор.СЭС, г.Москва
42.	Цианплав и цианистый водород	Тбилисский институт гигиены труда и профзаболеваний
43.	Цинк и кадмий	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва

СОДЕРЖАНИЕ

стр.

1. Методические указания на колориметрическое определение амидопирина в воздухе 3
2. Методические указания на хроматографическое определение афугана в воздухе 6
3. Методические указания на фотометрическое определение бензантрена в воздухе 9
4. Методические указания на фотометрическое определение бензилпенициллина в воздухе 12
5. Методические указания на спектрофотометрическое определение бензоксазолона в воздухе 16
6. Методические указания на хроматографическое определение гексахлорбутадиена в воздухе 19
7. Методические указания на фотометрическое определение двуокиси рутения в воздухе 22
8. Методические указания на хроматографическое определение дикрила и менида в воздухе 25
9. Методические указания на газохроматографическое определение диметилдихлорвинилфосфата в воздухе 29
10. Методические указания на газохроматографическое определение диметилдихлорвинилфосфата, γ - гексахлорциклогексана и дихлордифенилтрихлорэтана в воздухе 33
11. Методические указания на газохроматографическое определение диметилтерефталата, метилацетата, метилбензоата, метилтолуилата, метилового и п-толуилового спиртов, п-толуилового альдегида, п-толуиловой кислоты, п-кумола и дитолилметана в воздухе 37
12. Методические указания на фотометрическое определение диметилцианамида в воздухе 42
13. Методические указания на газохроматографическое определение 1-3 - дихлорпропилена в воздухе 45
14. Методические указания на газохроматографическое определение 3,4 - дихлорпропионанилида в воздухе 49
15. Методические указания на газохроматографическое определение дурсбана в воздухе 52

Стр.

16. Методические указания на хроматографическое определение аоокумарина в воздухе 55
17. Методические указания на спектрофотометрическое определение лйссо, СР-5222, суффикса в воздухе 59
18. Методические указания на хроматографическое определение малорана в воздухе 62
19. Методические указания на газохроматографическое определение малорана в воздухе 65
20. Методические указания на фотометрическое определение метанола в присутствии формальдегида в воздухе. 68
21. Методические указания на хроматографическое определение метилизобутилкетона в воздухе 73
22. Методические указания на спектральное определение окиси и гидроокиси стронция в воздухе 77
23. Методические указания на фотометрическое определение 2,3-оксинафтойной кислоты в воздухе..... 80
24. Методические указания на фотометрическое определение олеандомицина в воздухе 83
25. Методические указания на газохроматографическое определение суммарного содержания парафиновых углеводородов C_I - C_{IO} и ароматических углеводородов в воздухе 86
26. Методические указания на хроматографическое определение пентахлорацетофенона в воздухе 91
27. Методические указания на спектрофотометрическое определение пиримора в воздухе 94
28. Методические указания на хроматографическое определение рицида в воздухе 97
29. Методические указания на газохроматографическое определение сероокиси в воздухе 100
30. Методические указания на фотометрическое определение серы в воздухе 103
31. Методические указания на флуоресцентное определение смолистых веществ в воздухе 106
32. Методические указания на хроматографическое определение тачигарена в воздухе..... 109
33. Методические указания на хроматографическое определение топсинов МФ-35 и МФ-44 в воздухе 112
34. Методические указания на фотометрическое определение трехбромистого бора и продуктов его разложения в воздухе 115

35. Методические указания на фотометрическое определение I-фенил, 4-5-дихлорпиридазона - в воздухе..... II9
. Методические указания на фотометрическое определение м-фенилендималеимида в воздухе..... I22
37. Методические указания на газохроматографическое определение феназона и дихлорпиридазона в воздухе I26
. Методические указания на фотометрическое определение фталана в воздухе I30
39. Методические указания на фотометрическое определение фтористого алюминия в воздухе I33
. Методические указания на газохроматографическое определение фторотана, ингалана, диэтилового эфира и этилового спирта в воздухе I36
. Методические указания на спектрофотометрическое определение 6-хлорбензоксазолона и хлорметил-6-хлорбензоксазолона в воздухе..... I40
42. Методические указания на фотометрическое определение I - хлор - 2 этил-гексана в воздухе..... I43
. Методические указания на фотометрическое определение цианплава и цианистого водорода в воздухе I46
44. Методические указания на полярографическое определение цинка и кадмия в воздухе I50
.. Приложение I. Приведение объема воздуха к стандартным условиям I53
. Приложение 2. Таблица коэффициентов для различных температур и давления I54

47. Приложение 3. Рисунки..... I55

48. Приложение 4. Список институтов, предоставивших Методики I56

gost.e-ecolog.ru