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.

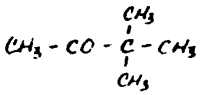
Сборник методических указаний составлен методической секцией по промышленно-санитарной химии при проблемной комиссии "Научные основы гигиены труда и профессиональной патологии".

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" апреля 1981 г.
№ 2224-81

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТИЛИЗОБУТИЛКЕТОНА В ВОЗДУХЕ



М.в. 100,16

Метилизобутилкетон – бесцветная жидкость с т.кип. 116,9°С, т.пл. 84,7°С. Хорошо растворим в спирте, эфире, бензоле. Растворимость в воде составляет 1,9 г в 100 мл воды.

I. Общая часть

1. Определение основано на использовании газожидкостной хроматографии на приборе с пламенно ионизационным детектором. Отбор проб с концентрированием.

2. Предел обнаружения 0,004 мкг в анализируемом объеме раствора.

3. Предел обнаружения в воздухе 1,0 мг/м^3 (расчетный).

4. Погрешность определения ±5%.

5. Диапазон измеряемых концентраций 1,0 – 100 мг/м^3.

6. Определению не мешают ацетон и диизобутилкетон.

7. Предельно допустимая концентрация метилизобутилкетона в воздухе 5 мг/м^3.

II. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые реактивы и растворы.

Метилизобутилкетон, МРТУ 6-09-2295-65.

Изоамиловый эфир уксусной кислоты, МРТУ 6-09-2071-65.

Стандартный раствор с содержанием 100 мкг/мл метилизобутилкетона и 100 мкг/мл изоамилового эфира уксусной кислоты готовят растворением 10 мг метилизобутилкетона и изоамилового эфира уксусной кислоты в дистиллированной воде в мерной колбе емкостью 100 мл.

бензол, х.ч., ГОСТ 5955-75

Хромосорб $\mathcal{Y}$ 60-80 меш.

Апиезон $\mathcal{L}$.

Газ-носитель - азот в баллоне с редуктором, ГОСТ 9293-74.

Водород и воздух в баллонах с редукторами.

9. Применяемые посуда и приборы.

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором и U-образной колонкой.

Аспирационное устройство.

Приборы поглотительные с пористой пластинкой.

Шприц медицинский стеклянный, емкостью 10 мкл.

Колба круглодонная, ГОСТ 1770-74, емкостью 500 мл.

Цилиндр мерный, ГОСТ 1770-74, емкостью 100 мл.

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

Шкаф сушильный или термостат с температурой нагрева 110-150°С.

Секундомер.

Линейка и лупа измерительные.

Ш. Отбор проб воздуха

10. Воздух со скоростью 0,2 л/мин протягивают через 2 последовательно соединенных поглотительных прибора с пористой пластинкой, содержащих по 5 мл дистиллированной воды. Для определения 1/2 предельно допустимой концентрации следует отобрать 2 л воздуха.

IУ. Описание определения

11. Взвешивают 70 $см^3$ хромосорба.

Апиезон- $\mathcal{L}$ в количестве 15% от веса носителя заливают 100 мл горячего бензола.

Раствор апиезона- $\mathcal{L}$ в бензоле переливают в круглодонную колбу, в которую вносят приготовленный носитель небольшими порциями при постоянном перемешивании. Бензол испаряют до состояния сыпучести носителя. В промытую и высушенную колонку засыпают приготовленную насадку, концы колонки закрывают стекловатой. Заполненную колонку кондиционируют в токе азота первые два часа при 100°С, следующие 2 часа при 150°С и 3 часа при 200°С, затем подключают второй конец колонки к детектору.

Хроматографическому анализу подвергается аликвота водного раствора. Ввод проб осуществляют микрошприцем через самоуплотняющуюся мембрану испарителя. Общую подготовку прибора осуществляют согласно инструкции.

Условия анализа

Длина колонки	3 м
Диаметр колонки	3 мм
Температура колонки	150°С
Температура испарителя	230°С
Газ-носитель	азот
Скорость потока газа-носителя	60 мл/мин
Скорость потока водорода	30 мл/мин
Скорость потока воздуха	300 мл/мин
Скорость диаграммной ленты	3,6 см/мин
Объем анализируемой пробы	4 мкл
Продолжительность анализа	25 мин
Время удерживания (мин):	
Метилизобутилкетона	12
Изоамилового эфира уксусной кислоты	22

Количественное определение метилизобутилкетона осуществляют методом внутренней стандартизации с использованием калибровочного графика. В качестве внутреннего стандарта используется изоамиловый эфир уксусной кислоты. Внутренний стандарт вводится в аликвоту анализируемой пробы перед хроматографическим анализом. Количество внутреннего стандарта должно быть соизмерено с определяемым компонентом пробы.

Для построения калибровочного графика готовят калибровочные смеси из стандартного раствора методом разбавления согласно таблице № 12.

ШКАЛА СТАНДАРТОВ

Таблица 12

Номер стандарта	I	2	3	4	5
Стандартный раствор метилизобутилкетона, мл	0,1	1,0	2,0	5,0	10,0
Стандартный раствор изоамилового эфира уксусной кислоты, мл	0,1	1,0	2,0	5,0	10,0
Дистиллированая вода, мл	9,9	9,0	8,0	5,0	0,0
Содержание метилизобутилкетона и изоамилового эфира уксусной кислоты, мкг	10	100	200	500	1000

хроматографируют по 4 или полученных растворов, проводя 5 параллельных определений для каждой концентрации.

Строят калибровочную кривую, выражающую зависимость отношений площадей метилизобутилкетона и изоамилового эфира уксусной кислоты от отношений количеств метилизобутилкетона и изоамилового эфира уксусной кислоты. Площади пиков определяют путем умножения высоты пика на его ширину, измеренную на половине высоты.

Условия анализа и калибровки должны быть идентичными.

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

$$X = \frac{q \cdot V_1}{V \cdot V_{20}}$$, где

q - количество вещества, найденное в анализируемом объеме раствора, мкг;

V_1 - общий объем раствора, мл ;

V - объем раствора, взятый для анализа, мл ;

V_{20} - объем воздуха в л, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям по формуле (см. приложение 1).

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

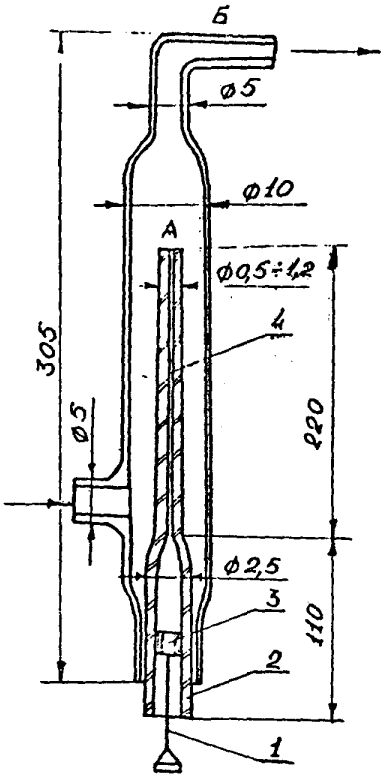


Рис.I. Установка для приготовления эталонных смесей с помощью диффузионного дозатора

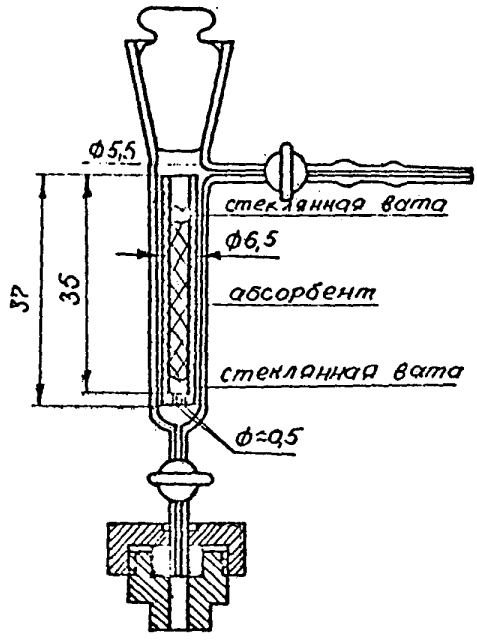


Рис.2. Устройство для ввода сконцентрированных в концентраторе проб в хроматограф.

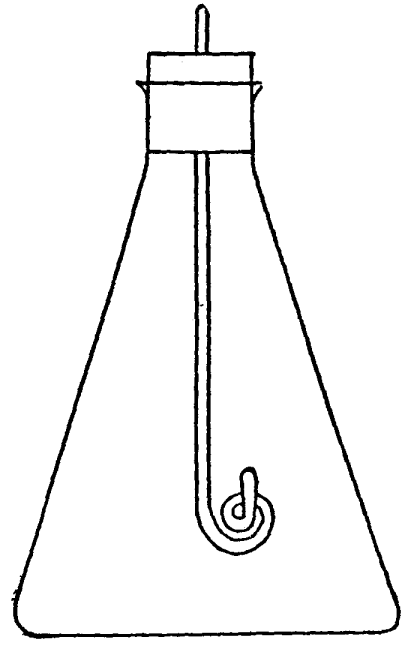


Рис.3 Колба для сжигания фильтров на определение содержания серы.

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