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.

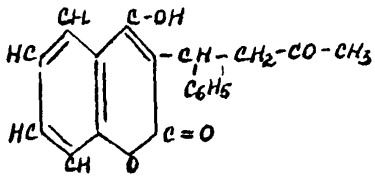
Сборник методических указаний составлен методической секцией по промышленно-санитарной химии при проблемной комиссии "Научные основы гигиены труда и профессиональной патологии".

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 1981 г.
№ 2419-81

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
НА ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗООКУМАРИНА В ВОЗДУХЕ



М.в.308,33

3 - (α-Ацетонилбензил) - 4 - оксикумарин представляет собой желтовато-сероватый порошок с едва уловимым характерным запахом с т.пл. 161°С. Растворяется в ацетоне, диоксане, в 5% растворе едкого натра, трудно растворим в 95% спирте, эфире. Не растворяется в бензоле, в воде стоек.

I. Общая часть

1. Определение основано на хроматографировании зоокумарина в тонком слое силикагеля КСК и образовании окрашенного продукта взаимодействия зоокумарина с диазотированной сульфаниловой кислотой.
2. Предел обнаружения - 10 мкг в анализируемом объеме раствора.
3. Предел обнаружения в воздухе - 0,05 мг/м^3 (расчетный).
4. Погрешность определения ±14%.
5. Диапазон измеряемых концентраций 0,05 - 0,4 мг/м^3.
6. Определению не мешают неокумарин и дикумарин.
7. Предельно допустимая концентрация зоокумарина в воздухе 0,1 мг/м^3.

II. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые реактивы и растворы

Зоокумарин 92%, х.ч.

Стандартный раствор зоокумарина №1 с содержанием 1000 мкг/мл готовят растворением 100 мг зоокумарина в ацетоне в мерной колбе емкостью 100 мл.

Стандартный раствор №2 содержащий 100 мкг/мл зоокумарина готовят соответствующим разбавлением ацетоном стандартного раствора №1.

Эфир диэтиловый, ГОСТ 6265-52.

Бензол, х.ч., ГОСТ 5955-75.

Спирт этиловый, ГОСТ 5963-67.

Ацетон перегнанный ч.д.а., ГОСТ 2603-71.

Натрий азотистокислый х.ч., ГОСТ 4197-66, 10%-ный раствор.

Натрий углекислый х.ч., ГОСТ 84-67, 10%-ный раствор.

Кали едкое,х.ч., ГОСТ 4203-65, 10%-ный раствор.

Гипс медицинский, ГОСТ 4766-49.

Кальций хлористый безводный х.ч.,ГОСТ 4234-69.

Соляная кислота х.ч., ГОСТ 4118-67.

Сульфаниловая кислота, х.ч.,ГОСТ 5821-69.

Подвижная фаза: смесь ацетона и бензола в соотношении 2:1 по объему

Проявляющий реактив-диазотированная сульфаниловая кислота. 25 г. сульфаниловой кислоты растворяют в 75 мл раствора едкого калия. После охлаждения добавляют 100 мл 10%-ного раствора азотисто-кислого натрия. Затем полученный раствор прибавляют по каплям к охлажденной льдом соляной кислоте (40 мл HCl уд.вес 1,19 в 20 мл воды) так, чтобы температура раствора не поднималась выше 8°С . Полученную диазотированную сульфаниловую кислоту отфильтровывают, промывают ледяной водой, этанолом, эфиром и сушат на воздухе. Для проявления хроматограммы 0,1 г азотированной сульфаниловой кислоты растворяют в 20 мл раствора углекислого натрия.

9. Применяемые посуда и приборы.

Аспирационное устройство.

Фильтродержатели.

Фильтры беззольные (синяя лента).

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, ёмкостью 50-100 мл.

Микропипетки, ГОСТ 20292-74, ёмкостью 0,1- 0,2 мл с оттянутыми концами.

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74, ёмкостью 25,50,100 мл.

Стаканы химические, емкостью 50-100 мл.

Палочки стеклянные.

Воронки химические диаметром 5-7 см.

Чашки выпарительные фарфоровые, диаметром 4-5 см.

Камера хроматографическая-сосуд цилиндрический, высотой 22 см и диаметром 14,5 см с пришлифованной крышкой.

Пульверизаторы стеклянные.

Сита металлические с диаметром 0,05 мм.

Эксикатор.

Термометр до 100°С.

Пластинки для хроматографии. Стеклянные пластинки (размер 9х12), промытые содой, хромовой смесью и дистиллированной водой, сушат, протирают спиртом или эфиром и покрывают сорбционной массой.

Для получения сорбционной массы силикагель марки КСК предварительно очищают от примесей. Для этого его заливают на 18–20 часов соляной кислотой (1:1), затем кислоту сливают, силикагель промывают водой и кипятят в течение 2–3 часов с разбавленной азотной кислотой (1:1). Обработанный таким образом силикагель промывают проточной водой, затем дистиллированной до нейтральной реакции промывных вод, сушат в сушильном шкафу при температуре 130°С в течение 6 часов.

Очищенный силикагель измельчают в ступке и отбирают фракцию 0,05мм.

10 г просеянного силикагеля и 0,5 г. гипса хорошо растирают в фарфоровой ступке, помещают в колбу с притертой пробкой, добавляют 30 мл дистиллированной воды, встряхивают в течение 10–15 минут до образования однородной массы. Полученную массу равномерным слоем наносят на 6 пластинок, которые сушат на воздухе при комнатной температуре в течение 24 часов, а затем активируют нагреванием в сушильном шкафу в течение 3 часов при температуре 100°С.

Ш. Отбор проб воздуха

10. Воздух со скоростью 20 л/мин протягивают через беззольный фильтр, помещенный в фильтродержатель. Для определения 1/2 предельно-допустимой концентрации следует отобрать 400 литров воздуха. Срок хранения отобранных проб неограничен.

IУ. Описание определения

11. Фильтр с пробой помещают в стакан, заливают 6 мл ацетона и оставляют на 30 минут, переодически перемешивая их содержимое. По истечении этого времени, фильтр тщательно отжимают стеклянной палочкой. Раствор переносят в выпарительную чашку, ацетон упаривают на воздухе под тягой. Сухой остаток в выпарительной чашке растворяют в 0,2 мл ацетона. Проводят контрольные опыты с чистым фильтром, их обрабатывают также, как исследуемые образцы. На стартовую линию хроматографической пластинки наносят 0,1 мл ацетонового раствора пробы и 0,1, 0,2 0,3 мл стандартного раствора зоокумарина, содержащих 0,20,30 мкг препарата. Пластинку сушат при комнатной температуре и помещают в камеру для хроматографирования, в которую за 30 минут до хроматографирования наливают подвижный растворитель (ацетон:бензол в отношении 2:1 в таком количестве, чтобы пластинка погружалась в

растворитель не более чем на 0,5 см. Сверху камеру закрывают стеклянной крышкой. После того, как растворитель поднимается на 10 см, пластинку вынимают из камеры, отмечают линию фронта и оставляют на несколько минут на воздухе для испарения растворителя. Затем пластинку опрыскивают проявляющим реагентом. Анализируемый препарат проявляется на пластинке в виде желтооранжевых пятен с величиной R_f=0,76±0,1. Окраска пятен устойчива в течение 1 часа.

Количественное определение зоокумарина проводят путем сравнения интенсивности окраски пятен пробы с окраской пятен стандартного раствора.

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

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

q - количество зоокумарина, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;

V_1 - объем ацетона, взятый для растворения сухого остатка, мл;

V - объем пробы, взятый для хроматографирования, мл;

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

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

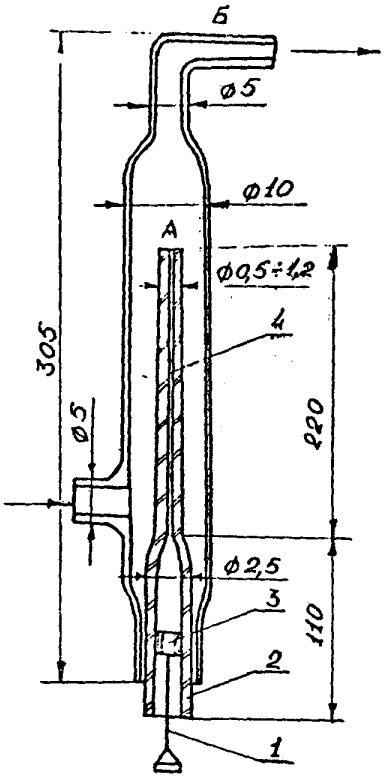


Рис.I. Установка для приготовления эталонных смесей с помощью диффузионного дозатора

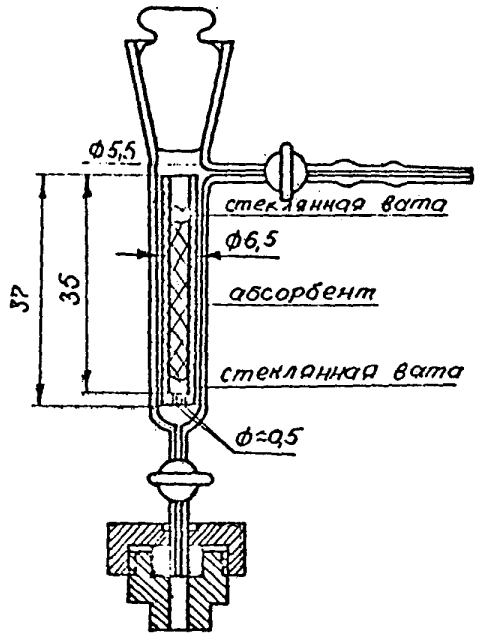


Рис.2. Устройство для ввода сконцентрированных в концентраторе проб в хроматограф.

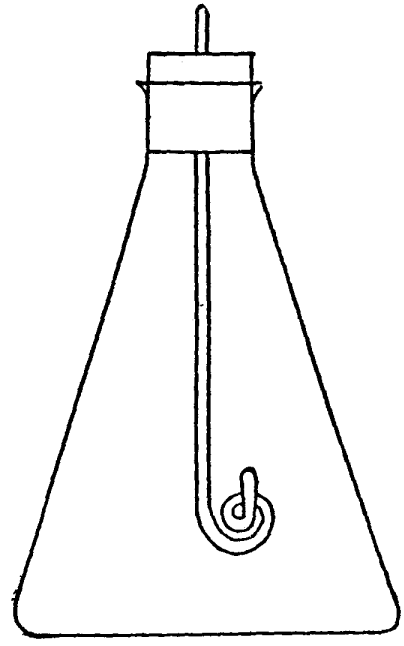


Рис.3 Колба для сжигания фильтров на определение содержания серы.

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.	Ласso 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