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.

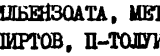
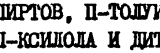
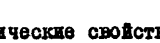
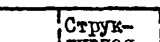
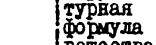
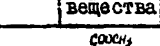
Редакционная коллегия: В.Б.Дорогова, М.Д.Бабина, В.Г.Овечкин, В.А.Хомутова, Г.В.Медведева

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Главного
государственного
санитарного врача СССР
А.И.ЗАЙЧЕНКО
"18" апреля 1981г.
№ 2314-81

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИМЕТИЛТЕРЕФТАЛАТА, МЕТИЛАЦЕТАТА, МЕТИЛБЕНЗОАТА, МЕТИЛТОЛУИЛАТА, МЕТИЛОВОГО И П-ТОЛУИЛОВОГО СПИРТОВ, П-ТОЛУИЛОВОГО АЛЬДЕГИДА, П-ТОЛУИЛОВОЙ КИСЛОТЫ, П-КСИЛОЛА И ДИТОЛИЛМЕТАНА В ВОЗДУХЕ

Таблица 6

Физические свойства компонентов

№№ п/п	Компоненты	Структурная формула вещества	Молекулярный вес	Удельный вес	Температура °С кип.ения	Температура °С плавления
I.	Диметилтерефталат		I94,I9	-	-	I40-I42
2.	Метилацетат	CH_3COOCH_3	74,08	0,924	57,0	98,I
3.	Метилбензоат		I36,I5	I,093	I99,6	I2,5
4.	Метилтолуилат		I50,I8	-	2I7,0	-
5.	Метиловый спирт	CH_3OH	32,04	0,792	64,6	97,5
6.	П-толуиловый спирт		I22,I7	-	2I7,0	59,5
7.	П-толуиловый альдегид		I20,I5	I,0I9	204,5	-
8.	П-толуиловая кислота		I36,I5	-	275,0	I79,6
9.	П-ксилол		I06,I7	0,86I	I38,4	I3,2
I0.	О-дитолилметан		I82,27	0,999	286,5	I82,27

I. Общая часть

I. Определение основано на использовании газожидкостной хроматографии при работе на приборе с пламенно-ионизационным детектором. Отбор проб с концентрированием.

2. Предел обнаружения 0,05–0,5 мкг в анализируемом объеме раствора.

3. Предел обнаружения в воздухе 0,005–0,05 мг/м^3 (расчетный).

4. Диапазон измеряемых концентраций 0,05–300 мг/м^3.

5. Погрешность определения ±I0%.

6. Определению не мешают другие ароматические углеводороды.

7. Предельно-допустимые концентрации в воздухе, мг/м^3: диметилтерефталата–0,I, метилацетата–I00, метилтолуилата–50, метилового спирта–5, пара-ксилола–50, дитолилметана–I,0.

II. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые реактивы и растворы.

Диметилтерефталат, метилацетат, метилбензоат, метилтолуилат, метиловый и п-тодуиловый спирт, п-тодуиловый альдегид, п-тодуиловая кислота, п-ксилол, дитолилметан, химически или хроматографически чистые.

Целит 548, фракция 0,25–0,50 мм.

Полиметилсилоксановая жидкость.

Полиэтиленгликольсукцинат.

Хлороформ, х.ч., ГОСТ 3I60–5I.

Ортофосфорная кислота, х.ч., ГОСТ 6552–58.

Ацетон, ГОСТ 2603–7I.

Спирт этиловый, ГОСТ 5963–67.

Эфир серный, ГОСТ 6265–52.

Газообразные азот, водород и воздух в баллонах с редукторами.

9. Применяемые посуда и приборы.

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором.

И-образная колонка, длиной Iм., внутренним диаметром 3 мм.

Аспирационное устройство.

Фильтры АФА-ХА-20.

Посуда лабораторная, стеклянная и фарфоровая.

Бутыли, емкостью I0 и 20 л.

Шприцы медицинские, цельностеклянные, емк. 1–20 мл.

Шкаф сушильный.

Муфель электрический.

Баня водяная.

Компрессор медицинский или для аквариумов.

Генератор водорода, сгс-2.

Секундомер.

Линейка и лупа измерительные.

Концентрирующие трубки из нержавеющей стали, длиной 30 см, внутренним диаметром 6 мм.

Ш. Отбор проб воздуха

10. Воздух со скоростью 0,5 л/мин протягивают через концентрирующую трубку, заполненную целитом 545 с жидкой фазой полиметилсилоксановой жидкостью ПМС-100 в количестве 20% от веса целита. Для улавливания аэрозолей диметилтерефталата, метилтолуилата, п-толуиловой кислоты и дитолилметана перед концентратором помещают фильтр АФА-ХА-20.

Для определения 1/2 предельно-допустимой концентрации следует отобрать 10 л воздуха.

IУ. Описание определения

11. Для приготовления насадки колонки твердый носитель-целит-545- помещают в круглодонную колбу и заливают раствором орто-фосфорной кислоты в ацетоне в количестве 2% по отношению к весу целита. Колбу подсоединяют к водоструйному насосу и растворитель удаляют при постоянном перемешивании в вакууме на водяной бане. Затем растворяют в хлороформе 10% от массы носителя полиэтиленгликоль-сукцината и раствор выливают в колбу с целитом, модифицированном орто-фосфорной кислотой. Хлороформ удаляют выпариванием на водяной бане под вакуумом. Хроматографическую колонку заполняют подготовленной насадкой при постукивании или с помощью вибратора и кондиционируют при температуре 135° в токе азота в течение 5-6 часов.

Для заполнения концентрирующей трубки полиметилсилоксановую жидкость растворяют в серном эфире и наносят на целит - 545 в количестве 20% от веса носителя.

Заполненные насадкой концентрирующие трубки подсоединяют к хроматографу и продувают азотом в течение 5 часов при температуре 250-260°С, после чего они готовы для отбора проб воздуха.

Общую подготовку прибора проводят согласно инструкции.

Фильтры помещают в стакан, емкостью 50 мл., приливают 5-10 мл этилового спирта и оставляют на 20 мин., прикрыв стакан часовым

стеклом. Раствор сливают в колбу ротационного испарителя, отжимая фильтр стеклянной палочкой. Эту операцию повторяют 2–3 раза. Испаряют растворитель под вакуумом досуха. Сухой остаток растворяют в I мл н-гексана. Через самоуплотняющуюся мембрану испарителя вводят в хроматограф микрошприцем 5 мкл. полученного раствора.

У с л о в и я а н а л и з а

Длина колонки	I м
Диаметр колонки	3 мм
Твердый носитель	Целит-545, модифицированный орто-фосфорной кислотой
Жидкая фаза	Полиэтиленгликоль-сукцинат (I0%).
Температура колонки	55–I35°С
Программирование	20°/мин
Температура испарителя	250°С
Газ-носитель	азот
Скорость потока газа-носителя	60 мл/мин
Скорость потока водорода	60 мл/мин
Скорость потока воздуха	500 мл/мин
Скорость диаграммной ленты	360 мм/час
Объем вводимой пробы	5 мкл

Время удерживания компонентов (относительные): метилацетата – 0,33; метанола – 0,35; п-ксилола – 0,4I; метилбензоата – 0,43; п-толуилового спирта – 2,I; дитоллилметана – 38,5; диметилтерефталата – 66,5; п-толуиловой кислоты – I49,0.

Количественный расчет компонентов проводят по методу абсолютной калибровки. Стандартные растворы анализируемых веществ известной концентрации (I–20 мкг/мл) вводят в концентрирующую трубку, которую помещают в дозирующее устройство с закрытыми кранами.

Концентратор выдерживают в дозирующем устройстве при температуре 250°С в течение I0 мин.

По истечении этого времени испарившиеся компоненты вводят в хроматографическую колонку переключением шестиходового крана на приборе и двухходовых кранов в дозирующем устройстве. Одновременно от I до I0 мкл стандартных растворов вводят в испаритель хроматографа. Измеряют площади пиков путем умножения высоты пика на его ширину, измеренную на половине высоты и на основании полученных данных строят графическую зависимость количества анализирующих

ществ от площади пиков.

Концентрации диметилтерефталата, метилтолуилата п-толуиловой кислоты и дитолилметана в мг/м^3 воздуха (х) вычисляют по формуле:

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

К – относительный коэффициент чувствительности для каждого вещества, мг/мм^2;

S – площадь соответствующего пика, мм^2;

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

10^3 – коэффициент пересчета.

Концентрации метилацетата, метанола, п-ксилола, метилбензоата, -толуилового альдегида, п-толуилового эфира, п-толуилового спирта воздухе (х) в мг/м^3, когда в процессе концентрирования достигается равновесие между воздухом и жидкой фазой, рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{K \cdot S \cdot 10^6}{V_ж \cdot K^{20} + V_{г.ф.}}$$, где

$V_ж$ и $V_{г.ф.}$ – объем жидкости и газовой фазы в концентраторе, мл.,

K^{20} – коэффициент распределения данного вещества при 20°С на ПФМС-4.

$V_ж \cdot K^{20} + V_{г.ф.}$) – соответствует минимальному объему воздуха в мл, который необходимо пропустить через концентратор, чтобы установить равновесие.

10^6 – коэффициент пересчета.

Коэффициент распределения веществ рассчитывает по формуле:

$$K^{20} = V_g \cdot d$$, где

V_g – удерживаемый объем жидкой фазы;

d – плотность жидкой фазы.

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

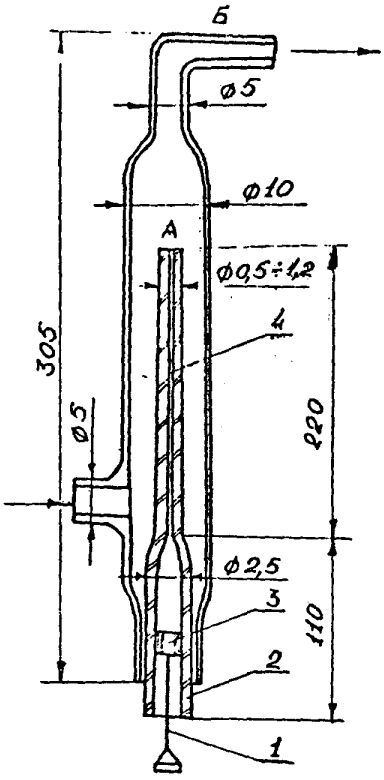


Рис.I. Установка для приготовления эталонных смесей с помощью диффузионного дозатора

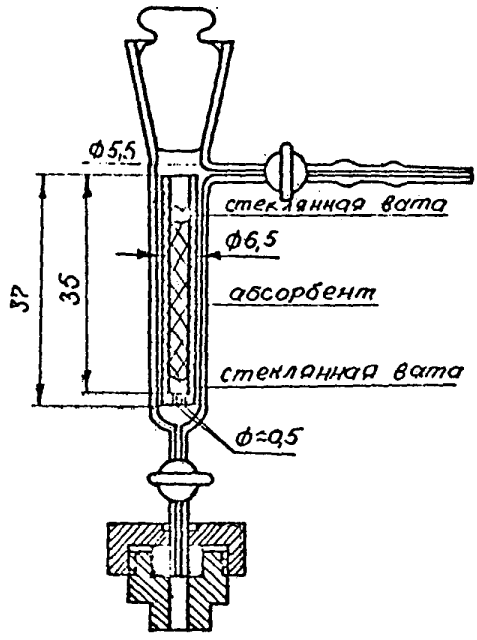


Рис.2. Устройство для ввода сконцентрированных в концентраторе проб в хроматограф.

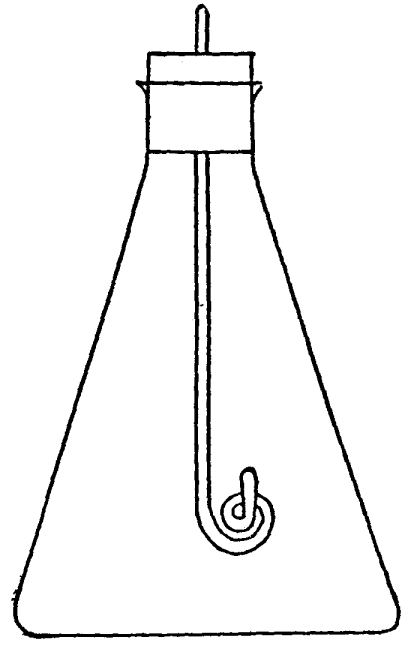


Рис.3 Колба для сжигания фильтров на определение содержания серы.

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