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.
№2309-81

# МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГЕКСАХЛОРБУТАДИЕНА В ВОЗДУХЕ

$CCl_2 = CCl - CCl = CCl_2$ М.в. 260,76.

Гексахлорбутадиен (ГХБД), представляет собой бесцветную, маслянистую жидкость с т.кип. 215°С, т.пл. 21°С, $d_4^{20}$ - 1,6820, $n_D^{20}$ - 1,5557. Растворимость в воде составляет 0,0005%.

## I. Общая часть

1. Определение основано на использовании газожидкостной хроматографии с детектором по захвату электронов. Отбор проб без концентрирования.

2. Предел обнаружения $3 \cdot 10^{-5}$ мкг в анализируемом объеме раствора.

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

4. Погрешность определения ±18,5%.

5. Диапазон измеряемых концентраций - 0,005-2,5 мг/м$^3$.

6. Определению не мешают хлорорганические и фосфорорганические соединения, применяемые для борьбы с сорняками и вредителями на виноградных насаждениях.

7. Предельно допустимая концентрация ГХБД в воздухе - 0,01мг/м$^3$.

## II. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые реактивы и растворы.

Гексахлорбутадиен, х.ч.

Н-гексан, х.ч. ТУ-6-09-3375-73.

Неподвижная фаза - SE-30, ДС-200, ДС-550, ДС-11.

Твердый носитель - целит 545, хроматон N-AW, фракция 0,25мм.

Аргон чистый (99,99%) или азот особой чистоты МРТУ 60237566.
Селикагель КСК, фракция 0,25–0,50 мм.

9. Применяемые посуда и приборы.

Хроматограф с детектором по захвату электронов.
Колонка стеклянная.
Аспирационное устройство.
Аллонжи для отбора проб.
Микрошприц на 10 мкл.
Секундомер.
Линейка и лупа измерительные.
Набор сит "Физприбор".

## Ш. Отбор проб воздуха

Воздух со скоростью 1л/мин протягивают через аллонжи, заполненные селикагелем (5 гр.) Для определения 1/2 предельно-допустимой концентрации следует отоорать 16л воздуха.

## IУ. Описание определения

Жидкую фазу SE -30 в количестве 5% от веса носителя растворяют в гексане. В полученный раствор вносят носитель-целит 545, тщательно перемешивают содержимое и испаряют гексан на водяной бане. Колонку заполняют приготовленным сорбентом и кондиционируют в течение 24 часов.

Селикагель перед употреблением очищают путем кипячения в разбавленной 1:1 азотной кислоте в течение 3–4 часов, промывают в проточной горячей воде, затем в холодной дистиллированной воде до нейтральной реакции промывных вод (по лакмусу) и до удаления в промывных водах следов хлоридов (проба с $AgNO_3$). Селикагель высушивают при 100°С и активируют при 150–200°С в течение часа в сушильном шкафу. Размельчают селикагель в мельнице "Пируэт", просеивают через сито, величина частиц 0,25–0,50 мм. Хранят в закрытых банках. Готовым селикагелем заполняют аллонжи.

Пары ГХБД, адсорбированные селикагелем, извлекают н-гексаном. Для этого аллонж вставляют в градуированную пробирку и промывают небольшими порциями гексана до общего объема 8 мл. Для анализа берут 3 мкл. Пробу вводят в колонку путем прокола самоуплотняющейся мембраны шприцем. Всю серию анализов необходимо проводить одним и тем же шприцем.

## Условия анализа

| | |
|---|---|
| Длина колонки | 3 м |
| Диаметр колонки | 3 мм |
| Твердый носитель | Целит-545 |
| Жидкая фаза | SE-30 (5%) |
| Температура колонки | 160°С |
| Температура испарителя | 200°С |
| Температура детектора | 180°С |
| Скорость потока газа-носителя | 100 мл/мин |
| Скорость диаграммной ленты | 10 мм/мин |
| Объем вводимой пробы | 3 мкл |
| Продолжительность анализа | 3 мин |
| Время удерживания ГХБД | 1,6 минуты |

Для количественного определения используют метод абсолютной калибровки по стандартным растворам ГХБД в гексане с концентрацией $10^{-3}$–$10^{-8}$ г/мл. 3 мкл каждого раствора вводят в хроматографическую колонку и вычисляют площадь каждого пика путем умножения высоты пика на его ширину, измеренную на половине высоты.

На основании полученных данных строят калибровочный график зависимости площади пика от концентрации ГХБД в растворе.

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

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

$e_j$ – количество ГХБД в анализируемом объеме, мкг;

$V_1$ – общий объем жидкости, мл;

$V$ – объем жидкости, 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 |

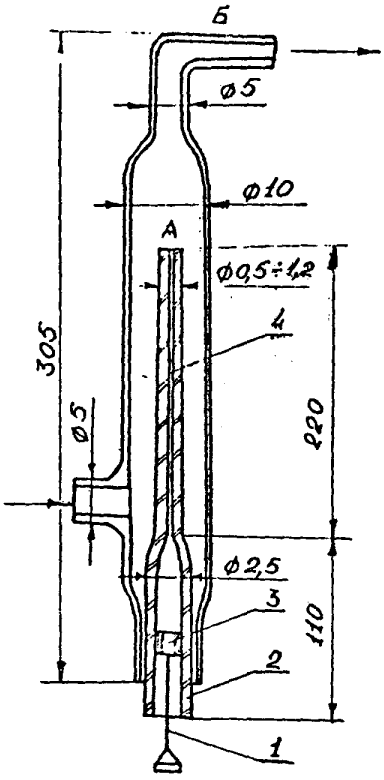


Рис.I. Установка для приготовления эталонных смесей с помощью диффузионного дозатора

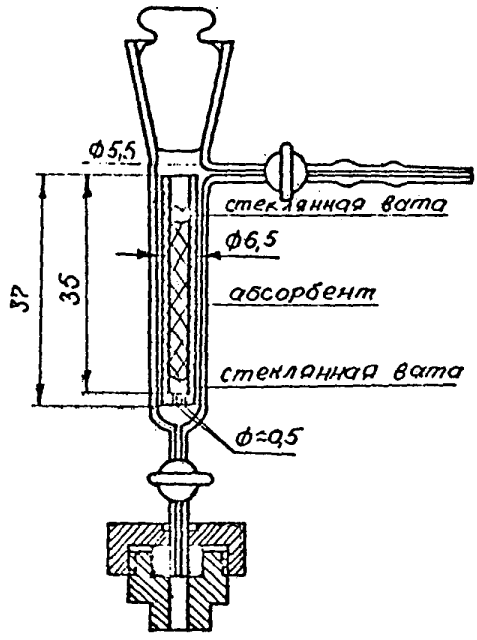


Рис.2. Устройство для ввода сконцентрированных в концентраторе проб в хроматограф.

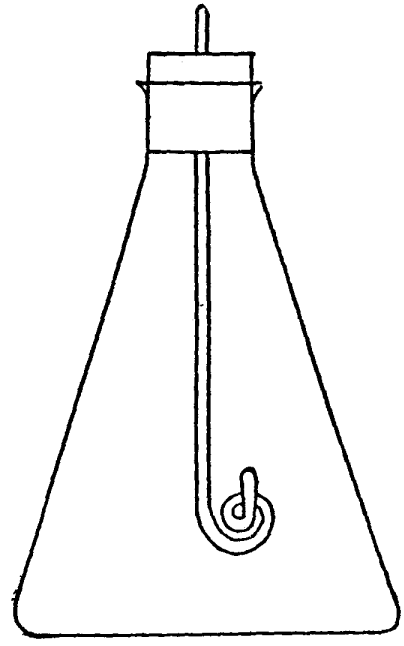

Рис.3 Колба для сжигания фильтров на определение содержания серы.

# 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