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.

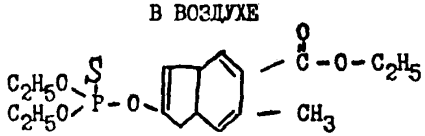
Сборник методических указаний составлен методической секцией по промышленно-санитарной химии при проблемной комиссии "Научные основы гигиены труда и профессиональной патологии".

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.
№ 2305-81

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ АФУГАНА В ВОЗДУХЕ



М.В. 273,17

Действующим началом афугана /синонимы: кумарил, ХОЭ 2873, пиразофос/ является 0,0-диэтил-О-/5-метил-4-карбэтоксипиридопиразолин-9/-тиофосфат.

Бесцветные кристаллы с т.пл. 50-51°. Растворимость в воде-0,33%. Хорошо растворим в органических растворителях. Гидролизуется в присутствии щелочей и кислот. Летучесть - 0,02 мг/м^3 /20°С/.

I. Общая часть

1. Определение основано на хроматографировании афугана в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зон локализации препарата бромфеноловым реактивом.

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

3. Предел обнаружения в воздухе 0,02 мг/м^3 /расчетный/.

4. Погрешность определения ± 22%.

5. Диапазон измеряемых концентраций - 0,02-6 мг/м^3.

6. Определению не мешают наполнители технических продуктов. Определению могут мешать фосфорорганические пестициды - производные тио- и дитиофосфорной кислоты с близким значением величины R_f.

7. Ориентировочно безопасный уровень воздействия - 0,05 мг/м^3.

II. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые реактивы и растворы:

Афуган, х.ч.

Стандратный раствор № I, содержащий I00 мкг/мл афугана, готовят растворением I0 мг действующего начала препарата в хлороформе в мерной колбе на I00 мл. Срок хранения раствора в холодильнике 30 дней.

Стандартные растворы №№ 2,3,4,5, содержащие I0,20,60 мкг/мл афугана, готовят в мерных пробирках на I0 мл путем разбавления хлороформом стандартного раствора № I. Срок хранения раствора I день.

Диэтиловый эфир для наркоза, ГОСТ 6265-52.

Хлороформ, х.ч. ГОСТ 3I60-5I.

Ацетон х.ч., ГОСТ 2603-7I.

Уксусная кислота х.ч., ГОСТ 6I-69, 5% раствор по объему.

Серебро азотнокислое, ч.д.а, ГОСТ I277-63.

Бромфеноловый синий, индикатор, ч.д.а, ТУ 6-09-I058-7I.

Проявляющий реактив: растворяют 0,05 г бромфенолового синего в I0 мл ацетона и доводят до I00 мл 0,5% водно-ацетоновым раствором азотнокислого серебра (I часть воды и 3 части ацетона).

9. Применяемые приборы и посуда.

Аспирационное устройство.

Фильтродержатели.

Фильтры АФА-ХА-20.

Поглотительные пробирки с пористой пластинкой № I.

Хроматографические камеры.

Пластинки "Силуфол".

Пульверизаторы стеклянные.

Ротационный испаритель.

Посуда лабораторная стеклянная, мерная по ГОСТ I770-74.

Ш. Отбор проб воздуха

I0. Воздух со скоростью 5 л/мин, протягивают через фильтр, помещенный в фильтродержатель. Одновременно воздух аспирируют со скоростью I л/мин через 2 поглотителя с пористой пластинкой № I, содержащие по I0 мл хлороформа. Поглотители охлаждают льдом. Для определения I/2 предельно допустимой концентрации следует отобрать 20 л воздуха.

IУ. Описание определения

II. Фильтры помещают в стакан емкостью 50 мл, приливают I5 мл диэтилового эфира и оставляют на I0 минут. Раствор сливают в колбу ротационного испарителя, тщательно отжимая фильтр стеклянной палочкой.

Эту операцию повторяют 2-3 раза. В колбу ротационного испарителя переносят также растворы из поглотительных приборов. Испаряют растворитель под вакуумом. Остаток растворяют в 0,3 мл хлороформа.

На стартовую линию хроматографической пластинки наносят раствор пробы и по 0,2 мл стандартного раствора № 2, 3, 4, 5. Пластинку помещают в хроматографическую камеру, в которую за 30 минут до начала хроматографирования наливают подвижный растворитель-хлороформ в таком количестве, чтобы пластинка погружалась не более чем на 0,5 см. После того, как подвижный растворитель поднимется на 10 см, пластинку вынимают из камеры, отмечают линию фронта растворителя, сушат на воздухе до удаления паров хлороформа. Опрыскивают пластинку проявляющим реактивом. Через 2 минуты обесцвечивают фон пластинки 5% уксусной кислотой.

Величина R_f афугана 0,40±0,05.

Количественное определение производят путем сравнения площади пятен стандартных растворов и проб. Площадь пятен измеряют с помощью промасленной миллиметровой бумаги и по данным для стандартных растворов строят калибровочный график. По калибровочному графику находят содержание афугана в пробе. Прямопропорциональная зависимость между площадью пятна и содержанием препарата наблюдается до 15 мкг.

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

$$X = \frac{ef}{V_{20}}, \text{ где}$$

ef - количество афугана, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;

V_{20} - объем пробы воздуха в л, отобранный 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

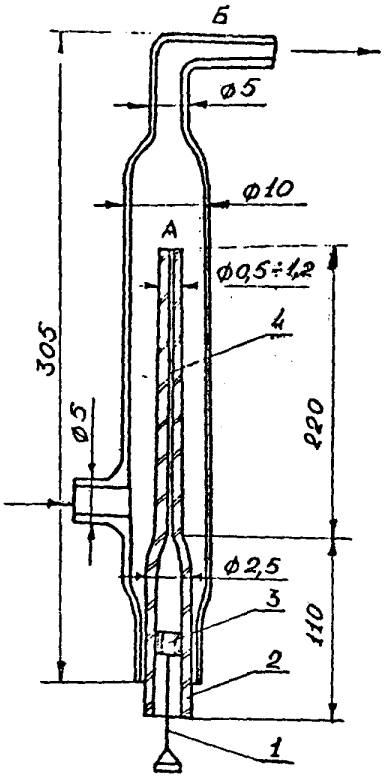


Рис.I. Установка для приготовления эталонных смесей с помощью диффузионного дозатора

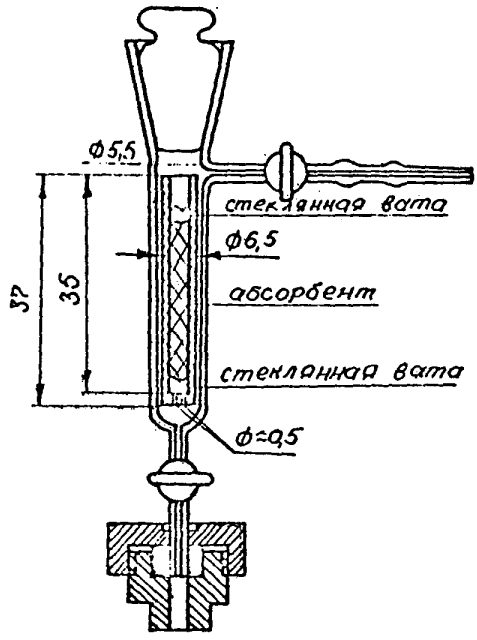


Рис.2. Устройство для ввода сконцентрированных в концентраторе проб в хроматограф.

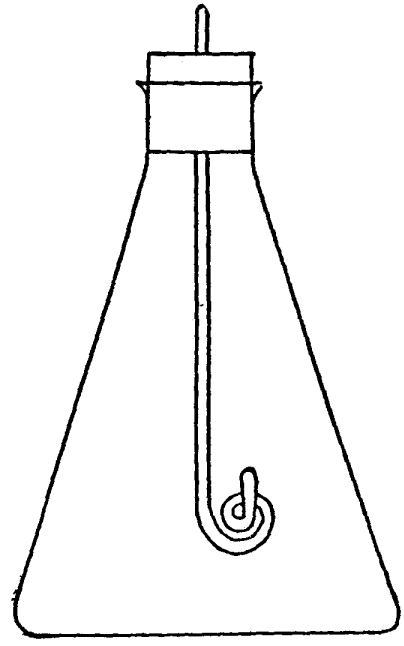


Рис.3 Колба для сжигания фильтров на определение содержания серы.

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