МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

XIV

№ 1572-77 -- 1598-77

gost.e-ecolog.ru

Москва, 1979

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

Министерство здравоохранения СССР
Москва, 1979 г.

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

Выпуск XIУ

Настоящие методические указания распро - страняются на определение содержания вредных веществ в воздухе промышленных помещений при санитарном контроле.

Редакционная коллегия: Виноградова В.А., Бабина М.Д., Соловьева Т.В., Овечкин В.Г.

УТВЕРЕДАЮ

Заместитель Главного государственного

санитарного врача СССР

_____ А.И.ЗАИЧЕНКО

№ I575-77

3I января 1977 г.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИФТОР - ДИХЛОРЭТИЛЕНА В ВОЗДУХЕ

I. Общая часть

I. Метод основан на использовании газожидкостной хроматографии на приборе с электронно-захватным детектором.

2. Чувствительность определения № 0,00I мкг.

3. Определению не мешает фреон - II2.

4. Предельно допустимая концентрация дифтордихлорэтилена в воздухе - I мг/м^3.

II. Реактивы и аппаратура

5. Применяемые реактивы.

Дифтордихлорэтилен 99,99 %.

Ацетон, ГОСТ 2603-7I.

Жидкая фаза: сквалан,I5% от веса твердого носителя.

Твердый носитель - хроматон силанизированный, фракция 0,2-0,25 мм.

Газообразный азот в баллоне с редуктором.

6. Применяемые посуда и приборы.

Хроматограф с электронно-захватным детектором.

Хроматографическая колонка.

Шприцы медицинские цельно-стеклянные емкостью 5-10 мл, 100-150 мл.

Бутыли стеклянные, дозировочные, емкостью 5-10 л.

Линейка и лупа измерительные.

Секундомер.

III. Отбор пробы воздуха

7. Пробы воздуха отбирают в шприцы емкостью 100-150 мл. Шприцы закрывают заглушками, (поршень шприца смазывать не следует). Пробу воздуха для анализа берут из большого шприца в малый шприц путем прокола резины заглушки. Анализы рекомендуется проводить в день отбора пробы.

IУ. Описание определения

Сквалан в количестве 15% от веса носителя растворяют в ацетоне. В полученный раствор вносят твердый носитель. Перемешивают до улетучивания основного количества растворителя, остатки растворителя удаляют выпариванием на водяной бане или в сушильном шкафу при температуре 50-60°С. Подготовленной насадкой заполняют хроматографическую колонку. Заполненную колонку кондиционируют при 100°С в токе газа-носителя в течение 18-20 часов при отключенном детекторе, затем подключают детектор и регистратор и продолжают кондиционирование колонки до дрейфа нулевой линии, не превышающего 5% от длины шкалы регистратора, с периодическим вводом проб анализируемого вещества.

Общую подготовку прибора проводят согласно инструкции; определение дрейфа, проверка на воспроизводимость, определение чувствительности по анализируемому веществу. Пробы сист-

ро вводят путем прокола резиновой мембраны шприцем, погружая иглу до отказа и быстро вынимая. Необходимо всю серию анализов проводить с одним и тем же шприцем. Предварительно проводят контрольный анализ таких же объемов чистого воздуха.

Условия анализа

Размер колонки – 2м х 4мм

Температура колонки – 55°С

Температура детектора – 115°С

Скорость потока газа-носителя – 45 мл/мин

Скорость бумажной ленты – 40 мм/ч

Объем анализируемой пробы– 10 мл

Время удерживания дифтордихлорэтилена – 1 мин.

Количественный расчет проводят по методу абсолютной калибровки. Стандартную смесь анализируемого вещества с воздухом готовят в стеклянной бутыли с сифоном объемом 5–10 л, в которую вводят микропипеткой 0,1–0,2 мл дифтордихлорэтилена. Через 3–5 часов из исходной смеси готовят промежуточные , а затем рабочие смеси в шприцах емкостью 100 мл с концентрациями 1,0–2,0–4,0–6,0–8,0 мкг/л дифтордихлорэтилена. Для анализа берут по 10 мл каждой смеси и определяют площади пиков путем умножения высоты пика на его ширину, измеренную на половине высоты. Калибровочный график строят в координатах: площадь пика (S см^2 – количество дифтордихлорэтилена (мкг в 10 мл). Условия калибровки и анализа проб должны быть одинаковы.

Концентрацию дифтордихлорэтилена в воздухе в мг/м^3(X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{g}{V_{20}},$$

где: g – найденное количество вещества, мкг;

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

Приложение I

Приведение объема воздуха к стандартным условиям (20°С, 760 мм.рт.ст.) производят по следующей формуле:

$$V_{20} = \frac{V_t \cdot (273^\circ + 20^\circ) \cdot P}{(273^\circ + t) \cdot 760}$$

где: V_t - объем воздуха, отобранный для анализа, л;

P - барометрическое давление, мм.рт.ст.);

t - температура воздуха в месте отбора пробы, °С.

Можно также пользоваться таблицей коэффициентов (см. приложение 2). Для приведения объема воздуха к стандартным условиям надо умножить V_t на соответствующий коэффициент.

Приложение 2

Коэффициенты для приведения объема воздуха к стандартным условиям: температура +20°С и атмосферное давление 760 мм рт.ст.

°С	Атмосферное давление мм.рт.ст.						
	730	732	734	736	738	740	742
I	2	3	4	5	6	7	8
-30	I.I582	I.I6I4	I.I646	I.I677	I.I709	I.I74I	I.I772
-28	I.I487	I.I5I9	I.I550	I.I58I	I.I6I3	I.I644	I.I675
-26	I.I393	I.I425	I.I456	I.I487	I.I5I9	I.I550	I.I58I
-24	I.I302	I.I334	I.I364	I.I39I	I.I427	I.I454	I,I488
-22	I.I2I2	I.I243	I.I274	I.I304	I.I336	I.I366	I.I396
-20	I.II23	I.II55	I.II85	I.I2I5	I.I246	I.I276	I.I306
-I8	I.I036	I.I067	I.I097	I.II27	I.II58	I.II88	I.I2I8
-I6	I.0953	I.098I	I.I0II	I.I04I	I.I07I	I,II0I	I.II3I
-I4	I.0866	I.0897	I.0926	I.0955	I.0986	I.I0I5	I.I045
-I2	I.0782	I.08I3	I.0842	I.087I	I.090I	I.093I	I.0959
-I0	I.070I	I.073I	I.0760	I.0789	I.08I9	I.0848	I.0877
- 8	I.0620	I.0650	I.0679	I.0708	I.0737	I.0766	I.0795
- 6	I.0540	I.0570	I.0599	I.0627	I.0657	I.0685	I.07I4
- 4	I.0462	I.049I	I.05I9	I.0548	I.0577	I.0605	I.0634
- 2	I.0385	I.04I4	I.0442	I.0470	I.0499	I.0528	I.0556
0	I.0309	I.0338	I.0366	I.0394	I.0423	I.045I	1.0477
+ 2	I.0234	I.0263	I.029I	I.03I8	I.0347	I.0375	I.0402
+ 4	I.0I60	I.0I89	I.02I6	I.0244	I.0272	I.0299	I.0327
+ 6	I.0087	I.0II5	I.0I43	I.0I70	I.0I98	I.0226	I.0253
+ 8	I.00I5	I.0043	I.0070	I.0097	I.0I26	I.0I53	I.0I79
+I0	0.9944	0.9972	0.9999	I.0026	I.0054	I.008I	I.0I08
+I2	0.9875	0.9903	0.9929	0.9956	0.9984	I.00II	I.0037

продолж. приложения 2

I	2	3	4	5	6	7	8
+I4	0.9806	0.9833	0.9860	0.9886	0.99I4	0.9940	0.9967
+I6	0.9737	0.9765	0.979I	0.98I8	0.9845	0.987I	0.9898
+I8	0.967I	0.9698	0.9725	0.975I	0.9778	0.9804	0.9830
+20	0.9605	0.9632	0.9658	0.9684	0.97II	0.9737	0.9763
+22	0.9539	0.9566	0.9592	0.96I8	0.9645	0.967I	0.9696
+24	0.9475	0.9502	0.9527	0.9553	0.9579	0.9605	0.963I
+26	0.94I2	0.9438	0.9464	0.9489	0.95I6	0.954I	0.9566
+28	0.9349	0.9376	0.940I	0.9426	0.9453	0.9478	0.9503
+30	0.9288	0.93I4	0.9339	0.9364	0.939I	0.94I5	0.9440
+32	0.9227	0.9252	0.9277	0.9302	0.9328	0.9353	0.9378
+34	0.9I67	0.9I93	0.92I8	0.9242	0.9268	0.9293	0.9318
+36	0.9I07	0.9I33	0.9I58	0.9I82	0.9208	0.9233	0.9257
+38	0.9049	0.9074	0.9099	0.9I23	0.9I49	0.9I73	0.9I98
+40	0.899I	0.90I7	0.904I	0.9065	0.9090	0.9II5	0.9I39

°C	атмосферное давление мм рт.ст.						
	744	746	748	750	752	754	756
I	2	3	4	5	6	7	8
-30	I.I803	I.I836	I.I867	I.I899	I.I932	I.I963	I.I994
-28	I.I707	I.I739	I.I770	I.I80I	I.I834	I.I865	I.I896
-26	I.I6I2	I.I644	I.I674	I.I705	I.I737	I.I768	I.I799
-24	I.I5I9	I.I550	I.I58I	I.I6I2	I.I644	I.I674	I.I705
-22	I.I427	I.I458	I.I488	I.I5I9	I.I550	I.I58I	I.I6II
-20	I.I337	I.I368	I.I398	I.I428	I.I459	I.I489	I.I5I9
-I8	I.I247	I.I278	I.I308	I.I338	I.I369	I.I399	I.I429
-I6	I.II60	I.II9I	I.I22I	I.I250	I.I282	I.I3II	I.I34I
-I4	I.I074	I.II05	I.II34	I.II64	I.II94	I.I224	I.I253
-I2	I.0989	I.I0I9	I.I049	I.I078	I.II08	I.II37	I.II66
-I0	I.0906	I.0936	I.0965	I.0994	I.I024	I.I053	I.I082
- 8	I.0824	I.0853	I.0882	I.09II	I.094I	I.0969	I.0998
- 6	I.0742	I.0772	I.080I	I.0829	I.0858	I.0887	I.09I6
- 4	I.0662	I.069I	I.07I9	I.0748	I.0777	I.0806	I.0834
- 2	I.0584	I.06I3	I.064I	I.0669	I.0698	I.0726	I.0755
0	I.0506	I.0535	I.0563	I.059I	I.062I	I.0648	I.0676
+ 2	I.0430	I.0459	I.0487	I.05I4	I.0543	I.057I	I.0598
+ 4	I.0355	I.0383	I.04II	I.0438	I.0467	I.0494	I.0522
+ 6	I.0280	I.0309	I.0336	I.0363	I.0392	I.04I9	I.0446
+ 8	I.0207	I.0235	I.0262	I.0289	I.03I7	I.0345	I.0372
+I0	I.0I34	I.0I62	I.0I89	I.02I6	I.0244	I.0272	I.0298
+I2	I.0064	I.0092	I.0II8	I.0I45	I.0I73	I.0I99	I.0226
+I4	0.9993	I.002I	I.0048	I.0074	I.0I02	I.0I28	I.0I55
+I6	0.9924	0.995I	0.9978	I.0004	I.0032	I.0058	I.0084
+I8	0.9856	0.9884	0.9909	0.9936	0.9963	0.9989	I.00I0

I	2	3	4	5	6	7	8
+20	0.9789	0.98I6	0.9842	0.9868	0.9895	0.992I	0.9947
+22	0.9723	0.9749	0.9775	0.9800	0.9827	0.9853	0.9879
+24	0.9657	0.9683	0.9709	0.9735	0.9762	0.9787	0.98I3
+26	0.9592	0.96I8	0.9644	0.9669	0.9696	0.972I	0.9747
+28	0.9528	0.9555	0.9580	0.9605	0.9632	0.9657	0.9682
+30	0.9466	0.9492	0.95I7	0.9542	0.9568	0.9594	0.96I8
+32	0.9403	0.9429	0.9454	0.9479	0.9505	0.9530	0.9555
+34	0.9342	0.9368	0.9393	0.94I8	0.9444	0.9468	0.9493
+36	0.9282	0.9308	0.9332	0.9357	0.9382	0.9407	0.9432
+38	0.9222	0.9248	0.9272	0,9297	0.9322	0.9347	0.937I
+40	0.9I63	0.9I89	0.92I3	0.9237	0.9263	0.9287	0.93II

°C	атмосферное давление мм рт.ст.						
	758	760	762	764	766	768	770
I	2	3	4	5	6	7	8
-30	I.2026	I.2058	I.2089	I.2I22	I.2I53	I.2I85	I.22I7
-28	I.I928	I.I959	I.I990	I.2022	I.2053	I.2084	I.2II7
-26	I.I83I	I.I862	I.I893	I.I925	I.I956	I.I986	I.20I8
-24	I.I736	I.I767	I.I797	I.I829	I.I859	I.I89I	I.I922
-22	I.I643	I.I673	I.I703	I.I735	I.I765	I.I795	I.I827
-20	I.I55I	I.I58I	I.I6II	I.I643	I.I673	I.I703	I.I734
-I8	I.I460	I.I490	I.I5I9	I.I55I	I.I58I	I.I6II	I.I642
-I6	I.I372	I.I40I	I.I43I	I.I462	I.I49I	I.I52I	I.I552
-I4	I.I284	I.I3I3	I.I343	I.I373	I.I402	I.I432	I.I463
-I2	I.II97	I.I226	I.I255	I.I285	I.I3I5	I.I344	I.I374
-I0	I.III2	I.II4I	I.II69	I.I200	I.I229	I.I258	I.I288
- 8	I.I028	I.I057	I.I086	I.III5	I.II44	I.II73	I.I203
- 6	I.0945	I.0974	I.I003	I.I032	I.I06I	I.I089	I.III8
- 4	I.0864	I.0892	I.092I	I.0949	I.0978	I.I006	I.I036
- 2	I.0784	I.08I2	I.084I	I.0869	I.0897	I.0925	I.0955
0	I.0705	I.0733	I.076I	I.0789	I.08I7	I.0846	I.0875
+ 2	I.0627	I.0655	I.0683	I.07I2	I.0739	I.0767	I.0795
+ 4	I.055I	I.0578	I.0605	I.0634	I.0662	I.0689	I.07I7
+ 6	I.0475	I.0502	I.0529	I.0557	I.0585	I.06I2	I.064I
+ 8	I.0399	I.0427	I.0454	I.0482	I.0509	I.0536	I.0565
+I0	I.0326	I.0353	I.0379	I.0407	I.0435	I.0462	I.0489
+I2	I.0254	I.028I	I.0307	I.0335	I.0362	I.0388	I.04I6
+I4	I.0I83	I.0209	I.0235	I.0263	I.0289	I.03I6	I.0344
+I6	I.0II2	I.0I38	I.0I64	I.0I92	I.02I8	I.0244	I.0272

I	2	3	4	5	6	7	8
+I8	I.0043	I.0069	I.0095	I.0I22	I.0I48	I.0I75	I,0202
+20	0.9974	I.0000	I.0026	I.0053	I.0079	I.0I05	I.0I32
+22	0.9906	0.9932	0.9957	0.9985	I.00II	I.0036	I.0063
+24	0.9839	0.9865	0.989I	0.99I7	0.9943	0.9968	0.9995
+26	0.9773	0.9799	0.9824	0.985I	0.9876	0.9902	0.9928
+28	0.9708	0.9734	0.9759	0.9785	0.98II	0.9836	0.9863
+30	0.9645	0.9670	0.9695	0.9723	0.9746	0.9772	0.9797
+32	0.958I	0.9606	0.963I	0.9657	0.9682	0.9707	0.9733
+34	0.95I9	0.9544	0.9569	0.9595	0.96I9	0.9644	0.9669
+36	0.9457	0.9482	0.9507	0.9532	0.9557	0.9582	0.9607
+38	0.9397	0.942I	0.9445	0.947I	0.9495	0.9520	0.9545
+40	0.9337	0.936I	0.9385	0.94II	0.9435	0.9459	0.9485

Приложение 3

Поглотительные приборы и дозирующее устройство

Рис.1 Поглотительный прибор Зайцева

Рис.2 Поглотительный прибор Петри

Рис.3 Поглотительный прибор с пористой стеклянной пластинкой

Рис.4 Дозирующее устройство:

А- Диффузионный натекатель,

1- шток, 2- стеклянный цилиндр,

3- поршень из фторопласта,

4- калиброванный стеклянный капилляр,

Б- Установка для приготовления эталонных смесей.

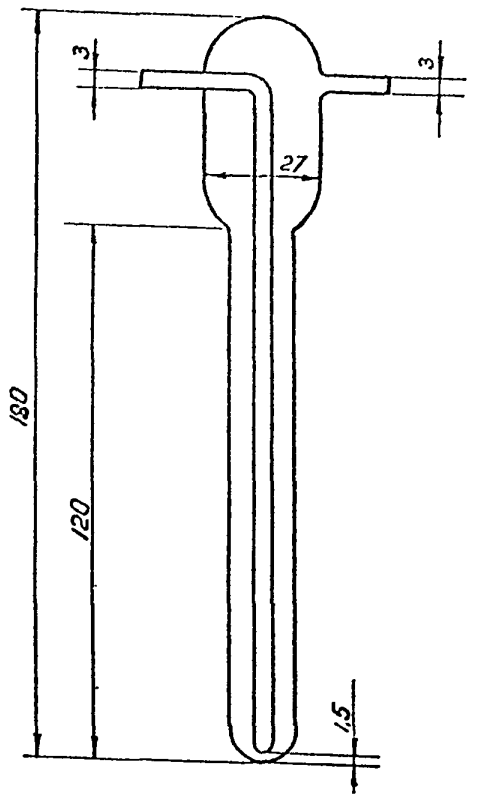

Рис. 1

Поглотительный прибор Зайцева

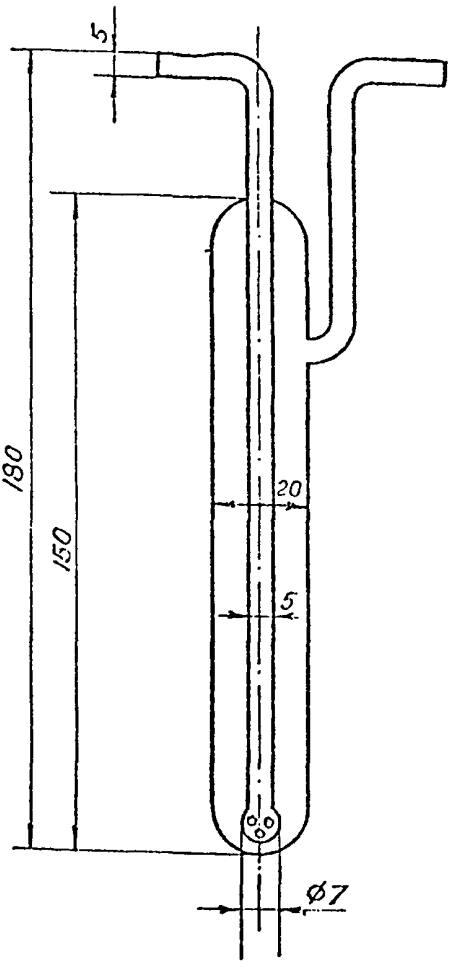

Рис. 2

Поглотительный прибор Петри

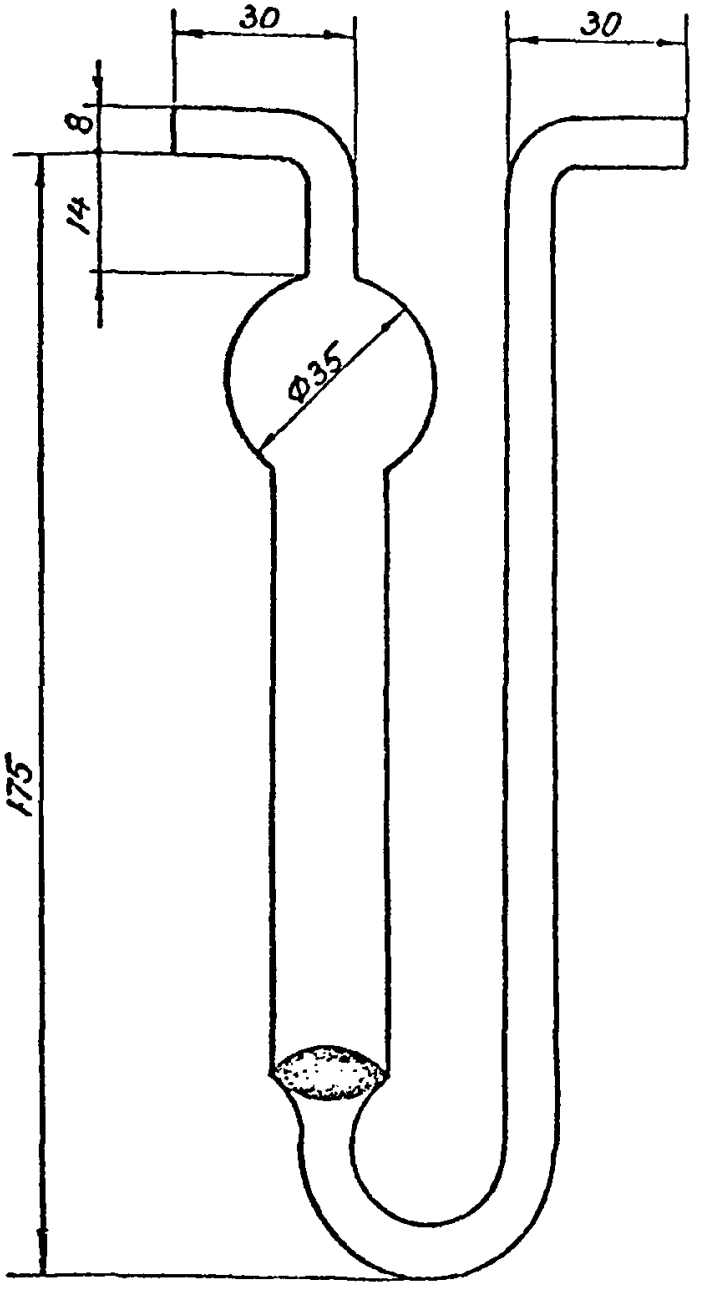

Рис. 3

Поглотительный прибор с пористой стеклянной пластинкой

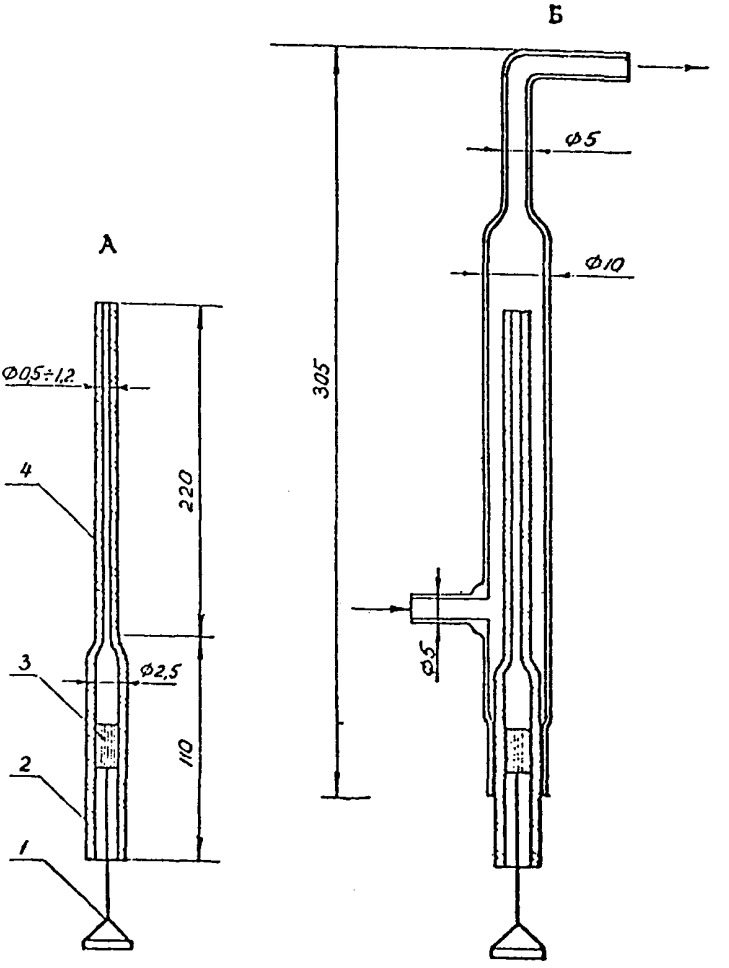

Рис. 4

Дозирующее устройство

А – Диффузионный натекатель: I–сток, 2–стеклянный цилиндр, 3–поршень из фторопласта, 4–калиброванный стеклянный капилляр.

Б – Установка для приготовления эталонных смесей

Приложение 4

П Е Р Е Ч Е Н Ь

учреждений, представивших методические указания в данный сборник

№№ пп	Методическое указание	Учреждение представившее методическое указание
I	2	3
I.	Полярографическое определение кадмия	Научно-исследовательский институт гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР
2.	Газохроматографическое определение паральдегида	Уфимский научно- исследовательский институт гигиены и профзаболеваний
3.	Газохроматографическое определение о-м-п-нитротолуолов и о-м-п-толуидинов	Харьковский научно-исследовательский институт гигиены труда и профзаболеваний
4.	Газохроматографическое определение дихлордихлорэтилена	Научно- исследовательский институт гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР
5.	Хроматографическое определение фурфурола, фурилового спирта, монофурфурилиденацетона	Узбекский научно- исследовательский институт санитарии, гигиены и профзаболеваний.
6.	Газохроматографическое определение хлористого аллила, 4-х хлористого углерода, I,2-дихлорпропана.	Новосибирский научно- исследовательский санитарный институт.

1	2	3
7.	Газохроматографическое определение гексафторбензола	Пермский государственный медицинский институт
8.	Газохроматографическое определение пентафторбензола, монохлорпентафторбензола	-"-
9.	Газохроматографическое определение октафтортолуола	-"-
10.	Газохроматографическое определение пентафторанилина	Пермский государственный медицинский институт
11.	Газохроматографическое определение дибутилкетона	Ростовский государственный медицинский институт
12.	Газохроматографическое определение метилентетрагидропирана	Волгоградская областная санитарно-эпидемиологическая станция
13.	Газохроматографическое определение тестостерона и метилтестостерона	Филиал Всесоюзного научно - исследовательского химико - фармацевтического института
14.	Определение мета-нитробензоата циклогексиламина методом тонкослойной хроматографии	Киевский научно- исследовательский институт гигиены труда и профзаболеваний
15.	Фотометрическое определение хлористого аллила	Горьковский научно-исследовательский институт гигиены труда и профзаболеваний
16.	Фотометрическое определение о- и п-толуидинов	-"-

1	2	3
17.	Фотометрическое определение о- и п-нитротолуолов	Горьковский научно- исследовательский институт гигиены труда и профзаболеваний
18.	Фотометрическое определение м-трифторметилфенилизоцианата	Университет дружбы народов им. П. Лумумбы.
19.	Фотометрическое определение н-винилпирролидона	Ростовский государственный медицинский институт
20.	Фотометрическое определение 4,4' - диаминодифенилсульфида	-"-
21.	Фотометрическое определение 2-нафтойной кислоты	-"-
22.	Фотометрическое определение диангидрида 1,4,5,8-нафталинтетракарбоновой кислоты	-"-
23.	Фотометрическое определение 2,3- дихлорпропена	Новосибирский научно- исследовательский санитарный ин - ститут
24.	Фотометрическое определение нафталин,- 2,6-дикарбоновой кислоты, дихлоргидрида нафталин-2,6-дикарбоновой кислоты	Ростовский государственный медицинский институт
25.	Фотометрическое определение 1,4,5,8-нафталинтетракарбоновой кислоты	-"-

I	2	3
26.	Фотометрическое определение 4,4' - азобензолдикарбоновой кислоты	Ростовский государственный медицинский институт
27.	Фотометрическое определение окиси хрома	Научно- исследовательский институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР

СОДЕРЖАНИЕ

стр.

Методические указания на полярографическое определение калия в воздухе 1

Методические указания на газохроматографическое определение паральдегида в воздухе 4

Методические указания на газохроматографическое определение изомеров нитротолуола и изомеров толуидина в воздухе 9

Методические указания на газохроматографическое определение дифтордихлорэтилена в воздухе... 14

Методические указания на хроматографическое определение фурфурола, фурилового спирта, монофурфурилиденацетона (МФА) в воздухе 18

Методические указания на газохроматографическое определение хлористого аллила, четыреххлористого углерода и 1,2 -дихлорпропана в воздухе 22

Методические указания на газохроматографическое определение гексафторбензола (ГФБ) в воздухе 29

Методические указания на газохроматографическое определение пентафторбензола (ПФБ) и монохлорпентафторбензола (МХПФБ) в воздухе..... 34

Методические указания на газохроматографическое определение октафтортолуола в присутствии гексафторбензола, монохлорпентафторбензола в воздухе 38

стр.

Методические указания на газохроматографическое определение пентафторанилина (ПФА) в воздухе 43

Методические указания на газохроматографическое определение дибутилкетона в воздухе..... 47

Методические указания на газохроматографическое определение метилентетрагидрофурана в воздухе 50

Методические указания на газохроматографическое определение тестостерона и метилтестостерона в воздухе 54

Методические указания на определение мета-нитробензоата циклогексиламина (ингибитора Ц-2) методом тонкослойной хроматографии в воздухе 58

Методические указания на фотометрическое определение хлористого аллила в воздухе 64

Методические указания на фотометрическое определение орто-и пара - толуидина в воздухе 69

Методические указания на фотометрическое определение орто- и пара -нитротолуола в воздухе 73

Методические указания на фотометрическое определение м-трифторметилфенилизоцианата (ТИЦ) в воздухе..... 77

Методические указания на фотометрическое определение N -винилпирролидона в воздухе 81

Методические указания на фотометрическое определение 4,4' -диаминодифенилсульфида в воздухе.... 84

стр.

Методические указания на фотометрическое определение 2-нафтойной кислоты в воздухе..... 88

Методические указания на фотометрическое определение диангидрида -I,4,5,8-нафталин-тетракарбоновой кислоты в воздухе 9I

Методические указания на фотометрическое определение 2,3- дихлорпропилена (2,3-ДХП) в воздухе..... 94

Методические указания на фотометрическое определение -2,6 - нафталин-тетракарбоновой кислоты (НДК)и дихлорангидрида и 2,6-нафталин - тетракарбоновой кислоты (ДНДК) в воздухе.... 99

Методические указания на фотометрическое определение I,4,5,8 - нафталинтетракарбоновой кислоты (I,4,5,8- НТКК) в воздухе I02

Методические указания на фотометрическое определение 4,4' - азобензолдикарбоновой кислоты (АДДК) в воздухе..... I05

Методические указания на фотометрическое определение окиси хрома в воздухе..... I08

Приложение № I..... II3

Приложение № 2..... II4

Приложение № 3 ..... I20

Приложение № 4 ..... I25

Зак. 1162 Л-66389 от 4/VI-79г. Тир. 1000

Типография Министерства Здравоохранения СССР.

gost.e-ecolog.ru