МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

Выпуск XIX

Москва, 1984 г.

gost.e-ecolog.ru

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

Москва, 1983 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.

Выпуск XIX

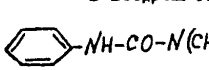
Редакционная коллегия: Кузьминых А.И., Македонская Р.Н., Овечкин В.Г.

Л-79263 от 28.10.83г. Зак. 1943 Тир. 1000

Типография Министерства Здравоохранения СССР.

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Главного
государственного
санитарного врача СССР
_____ А.И.ЗАЙЧЕНКО
"05" сентября 1983 г.
№ 2918-83

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ ФЕНУРОНА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



М = 164,21

Фенурон (*N*-фенил-*N*,*N*-диметилмочевина, дибар, фенидим) - твердое вещество белого цвета с характерным запахом. Т.пл. 136°С. Хорошо растворим в воде, эфире, ацетоне, бензоле, метаноле, этаноле, хлороформе.

I. Характеристика метода

Определение основано на хроматографировании фенурона в тонком слое сорбента, последующем термическом разложении его и идентификации продуктов разложения по реакции диазотирования ароматических аминов и сочетания солей фенилдиазония с α-нафтолом в щелочной среде или с дифениламином в присутствии хлористого цинка.

Отбор проб проводится с концентрированием на фильтр.

Предел измерения: на окиси алюминия - 5 мкг, на пластинках "Силуфол" - 0,2 мкг в анализируемом объеме пробы.

Предел измерения в воздухе: на окиси алюминия - 1,25 мг/м^3, на пластинках "Силуфол" - 0,2 мг/м^3 (при отборе 4 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций: на окиси алюминия - 1,25-10 мг/м^3, на пластинках "Силуфол" - 0,1-1,0 мг/м^3.

Определению не мешают другие производные фенилмочевины, дающие при разложении ароматические амины.

Граница суммарной погрешности измерения не превышает ±25%.

Предельно допустимая концентрация фенурона - 3,0 мг/м^3.

2. Реактивы, растворы и материалы

Фенурон, хч.

Основной раствор фенурона с концентрацией 0,2 мг/мл готовят растворением 20 мг в 100 мл диэтилового эфира. Раствор устойчив в течение месяца при хранении в холодильнике.

Стандартный раствор фенурона с концентрацией 20 мкг/мл готовят из основного раствора соответствующим разбавлением диэтиловым эфиром. Раствор устойчив в течение месяца при хранении в холодильнике.

Спирт этиловый, ГОСТ 5962-67, ректификат.

Эфир диэтиловый, ГОСТ 6265-52, для наркоза.

Гексан, ТУ 6-09-3375-73, х.ч.

Ацетон, ГОСТ 2603-79, х.ч.

Кали едкое, ГОСТ 4203-65, ч.д.а.

Кислота соляная, ГОСТ 3118-77, х.ч., уд.вес 1,17-1,19.

Натрий азотистокислый, ГОСТ 4197-74, х.ч.

α-нафтол, ГОСТ 5838-79, ч.д.а.

Дифениламин, ГОСТ 5825-70, ч.д.а.

Хлористый цинк, ГОСТ 4529-78, ч.д.а.

Кальций сернокислый, ГОСТ 3210-77, просушенный при температуре 160^{0}С в течение 6 часов. Хранят в банке с притертой пробкой.

Алюминия окись, МРТУ 6-09-2596-68, для хроматографии.

Проявляющий реактив №1: к 46 мл воды добавляют 4 мл конц.HCl и 1 г натрия азотистокислого. Применяют свежеприготовленным.

Проявляющий реактив №2: 2,8 г КОН растворяют в 50 мл воды и добавляют 0,1 г α-нафтола. Применяют свежеприготовленным.

Проявляющий реактив №3: 0,5 г дифениламина растворяют в 100 мл ацетона и добавляют 0,5 г хлористого цинка. Применяют свежеприготовленным.

Хроматографические пластинки "Силуфол".

Фильтры АФА-ХА-20.

3. Приборы и посуда

Аспирационное устройство.

Фильтродержатели.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 25 мл.

Пипетки, ГОСТ 20292-74, емкостью 1, 5 и 10 мл.

Микропипетки емкость 0,1 мл.

Стеклянные пластинки для хроматографирования, размером 9х12 с

Ротационный испаритель ИР-1М с набором колб.

Камера для хроматграфирования.

Камера для опрыскивания.

Пульверизаторы стеклянные.

4. Проведение измерения

Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 2 л/мин аспирируют через фильтр АФА-ХА-20. Для определения 1/2 ПДК достаточно отобрать 2 л (при использовании пластинок "Силуфол") и 4 л воздуха (при использовании окиси алюминия). Пробы устойчивы 3 дня.

Условия анализа

Приготовление хроматографических пластинок

Для приготовления сорбционной массы на 10 пластинок в фарфоровой ступке тщательно смешивают 50 г окиси алюминия и 5 г гипса. Смесь переносят в колбу емкостью 250 мл, приливают 75 мл воды и встряхивают до образования однородной массы, которую затем равномерно наносят на пластинки. Пластинки высушивают при комнатной температуре в течение 17-18 часов и хранят в эксикаторе.

Фильтры с отобранными пробами переносят в небольшие стаканчики, промывают трижды этиловым спиртом (5 млх3), экстракты объединяют в колбе прибора для отгонки растворителя и отгоняют послед-

ний досуха на водяной бане. При применении пластинок "Силуфол" измеряют объем объединенного этанольного экстракта и для отгонки берут его половину. Сухой остаток растворяют в 0,5 мл диэтилового эфира и полученный раствор количественного наносят на хроматографическую пластинку таким образом, чтобы диаметр пятна составлял 0,5 см. При анализе на пластинках с окисью алюминия рядом с пробами на стартовую линию наносят 0,025; 0,05; 0,1 и 0,2 мл основного раствора фенурона, что соответствует 5, 10, 20 и 40 мкг препарата.

Пластинку помещают в камеру для хроматографирования, в которую налит подвижный растворитель - диэтиловый эфир. После подъема растворителя на высоту 10 см пластинку вынимают из камеры, помещают в сушильный шкаф при 160-170°С на 1 час. После охлаждения пластинку опрыскивают проявляющим реактивом №1 и сразу же проявляющим реактивом №2. Расход реактива №1 примерно втрое меньше, чем реактива №2. Фенурон проявляется в виде окрашенных пятен на белом фоне. Окраска устойчива в течение 20-30 мин. R_f фенурона = 0,30.

При анализе на пластинках "Силуфол" рядом с нанесенной пробой на стартовую линию наносят 0,01; 0,025; 0,05 и 0,1 мл стандартного раствора фенурона, что соответствует 0,2; 0,5; 1,0 и 2,0 мкг препарата. Пластинку помещают в камеру для хроматографирования, в которую налит подвижный растворитель - смесь гексана и ацетона (1:1 После подъема растворителя на высоту 10 см, пластинку вынимают из камеры и оставляют на воздухе для испарения следов растворителя. Затем пластинку помещают в сушильный шкаф, нагретый до 160-170°С и выдерживают при этой температуре 5-10 мин. После охлаждения пластинку обрабатывают проявляющим реактивом №1 и сразу же проявляющим реактивом №2 или проявляющим реактивом №3. Расход реактива №1 примерно втрое меньше, чем реактивов №2 или №3. Фенурон проявляется на пластинке в виде окрашенных (в случае применения проявляющего реактива №2 - оранжевых, а реактива №3 -фиолетово-малиновых)

пятен на белом фоне. Окраска устойчива при проявлении реактивом №2 длительное время, при проявлении реактиво №3 - в течение 15 - 20 минут. R_f фенурона = 0,65–0,66.

Количественное определение содержания фенурона в пробе производят путем измерения площади пятен проб и стандартных растворов.

Концентрацию фенурона в хроматографируемом объеме пробы вычисляют по формуле:

$$G = \frac{C_{ст} \cdot S_x}{S_{ст}};$$

где: G - содержание фенурона в хроматографируемом объеме пробы, мкг;

$C_{ст}$ - содержание фенурона на хроматограмме стандарта, мкг;

S_x - площадь пятна пробы, $мм^2$;

$S_{ст}$ - площадь пятна стандарта, $мм^2$.

Концентрацию фенурона в $мг/м^3$ воздуха (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G \cdot У_I}{У \cdot У_{20}};$$

где: G - количество фенурона, найденное в хроматографируемом объеме пробы, мкг;

$У_I$ - общий объем пробы, мл;

$У$ - хроматографируемый объем экстракта, мл;

$У_{20}$ - объем воздуха, л, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям по формуле (см.приложение I).

Приложение I

Приведение объема воздуха к стандартным условиям проводят по следующей формуле:

$$V_{20} = \frac{V_t(273 + 20)\cdot P}{(273 + t^\circ) \cdot 101{,}33};$$

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

P - барометрическое давление, кПа (101,33 кПа=760 мм рт.

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

Для удобства расчета V_{20} следует пользоваться таблицей коэффициентов (приложение 2). Для приведения объема воздуха к стандартным условиям надо умножить V_t на соответствующий коэффициент.

Приложение 2

К О Э Ф Ф И Ц И Е Н Т Ы

для приведения объема 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

Приложение 3

Вещества, определяемые по ранее утвержденным и опубликованным Методическим Указаниям

№ пп	Наименование вещества	Опубликованные МУ
I.	Полиоксиамид	ТУ на метод определения пыли в воздухе промышленных предприятий. Выпуск IУ,1965 г., стр.165.
2.	Полибензоксазол	- " -
3.	Сополимер стирола и метилметакрилата (Инкар-27)	- " -
4.	Сополимер бутилакрилата, стирола, метилметакрилата, аллилметакрилата (Инкар-27а)	- " -
5.	Сополимер винилхлорида, винилацетата и винилового спирта (А-I50М)	- " -
6.	Полиоксадиазол (ПОД-2)	- " -
7.	Сополимер винилхлорида и метилакрилата МА-20	- " -
8.	Летучие вещества, выделяющиеся при вулканизации шинной резины (по сумме аминов)	ТУ на метод определения фенил-β-нафтиламина. Выпуск УП, 1971 г. стр.60.

Приложение 4

Перечень
учреждений, представивших методические указания в данный сборник

Методические указания	Учреждение, представившее методическое указание
Фотометрическое определение адипиновой и себациновой кислот	Институт гигиены им. Ф.Ф.Эрисмана
Фотометрическое определение бутилнитрита	Университет дружбы народов им.П.Лумумбы
Газохроматографическое определение винилглицидилового эфира этиленгликоля (винилокса)	Ангарский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Полярографическое определение вольфрама	ВЦНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
Газохроматографическое определение диэтилентриамина, этилендиамина, триэтилентетрамина	Уфимский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Полярографическое определение диэтилтеллурида	ЦИУВ, кафедра промгигиены г.Москва
Фотометрическое определение ди(2-этилгексил)фенилфосфата и дифенил(2-этилгексил)фосфата	Институт гигиены им. Ф.Ф.Эрисмана
Фотометрическое определение 3,4-диметоксифенилацетонитрила (гомонитрила)	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР. г.Москва
Фотометрическое определение 3,4-диметоксибензилхлорида	- " -
Фотометрическое определение 2,3-дибром-2-бутен-1,4-диола	Одесский медицинский институт
Фотометрическое определение 1,2-диметоксибензола (вератрола)	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г."осква
Газохроматографическое определение дибутилсебацината	Белорусский санитарно-гигиенический институт
Газохроматографическое определение дибутилфталата, диоктилфталата, дибутилсебацината и диоктиладипината	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
Газохроматографическое определение изопропилхлорекса	ГОСНИИ ХЛОРПРОЕКТ, г.Киев филиал
Газохроматографическое определение кетоэфира	Уфимский НИИ гигиены труда и профзаболеваний

1	2
Газохроматографическое определение компонентов бензометанольной смеси (метанол, изобутанол, углеводороды)	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
Хроматографическое определение которана	Ташкентский медицинский институт
Фотометрическое определение канифоли	Ангарский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение летучих жирных кислот	- " -
Спектрофотометрическое определение масляного аэрозоля	ВНИИЖГ, г.Москва
Полярографическое определение марганца и железа	ВЦНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
Полярографическое определение меди	- " -
Газохроматографическое определение метанола из бензометанольной смеси	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
Фотометрическое определение метурина	Университет дружбы народов им.П.Лумумбы
Полярографическое определение молибдена	ВЦНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
Газохроматографическое определение метилового, этилового, изопропилового, н-пропилового, н-бутилового, втор-бутилового и изобутилового спиртов	- " -
Газохроматографическое определение 3-нитро-4-хлорбензотрифторида	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
Газохроматографическое определение норборнена и норбарнадиена	- " -
Газохроматографическое определение окиси углерода	Казанское пуско-наладочное управление инженерно-производственного треста "Оргнефтехимзаводы"
Полярографическое определение свинца, олова, меди и кадмия при совместном присутствии	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
Спектрофотометрическое определение стиромаля	Ангарский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение тетраэтилсвинца	- " -

I	2
Полярографическое определение титана	ВЦНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
Фотометрическое определение тиодифениламина	Донецкий НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение третичных жирных аминов и аминоспиртов (триэтиламина, диметилэтаноламина, диэтилэтаноламина, триэтаноламина)	- " -
Фотометрическое определение трифторметилфенилмочевины	Университет дружбы народов им.П.Лумумбы
Хроматографическое определение фенурона	- " -
Фотометрическое определение фенилметилмочевины	- " -
Фотометрическое определение хлористого натрия	Донецкий НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Хроматографическое определение хлорэндикового ангидрида	ВНИИ ГИНТОКС, г.Киев
Полярографическое определение хрома (УI и Ш)	ВЦНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
Фотометрическое определение цианистого водорода	Ленинградский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение этилена, пропилена и ацетальдегида	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР г.Москва

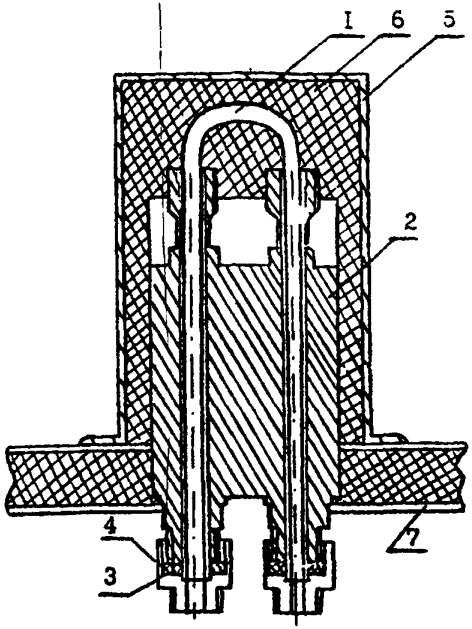


Рис.I. Общий вид установки реактора в испаритель.
I - реактор, 2 - испаритель, 3 - букса, 4 - штуцер, 5 - кожух испарителя, 6 - шлаковата, 7 - крышка блока анализатора.

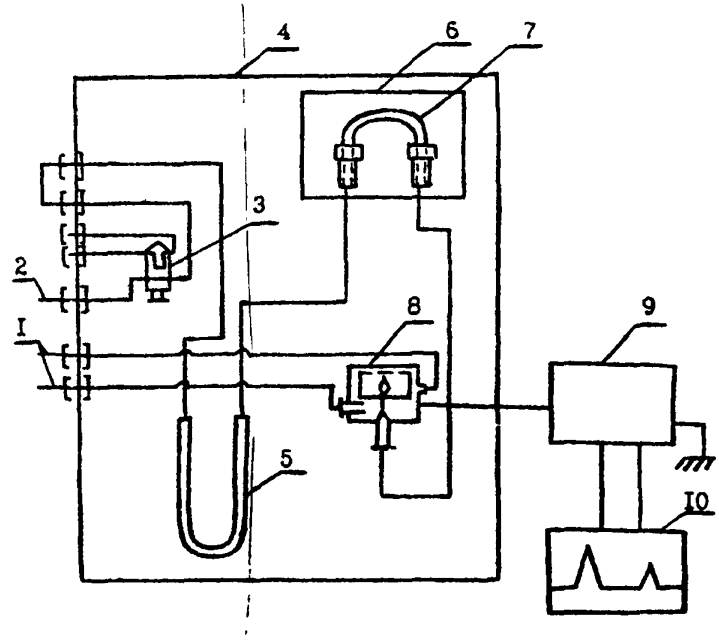


Рис.2. Схема подключения реактора.
I - подача воздуха, 2 - подача водорода, 3 - кран-дозатор, 4 - блок анализатора, 5 - хроматографическая колонка, 6 - кожух с теплоизоляционным материалом, 7 - реактор, 8 - детектор, 9 - усилитель, I0 - потенциометр.

С О Д Е Р Ж А Н И Е

	стр.
Фотометрическое определение адипиновой и себациновой кислот	3
Фотометрическое определение бутилнитрита	7
Газохроматографическое определение винилглицидилового эфира этиленгликоля (винилокса)	I0
Полярографическое определение вольфрама	I3
Газохроматографическое определение диэтилентриамина, этилендиамина, триэтилентетрамина	I7
Полярографическое определение диэтилтеллурида	2I
Фотометрическое определение ди(2-этилгексил)фенилфосфата и дифенил(2-этилгексил)фосфата	25
Фотометрическое определение 3,4-диметоксифенилацетонитрила (гомонитрила)	30
Фотометрическое определение 3,4-диметоксибензилхлорида	34
Фотометрическое определение 2,3-дибром-2-бутен-I,4-диола	37
Фотометрическое определение I,2-диметоксибензола (вератрола)	40
Газохроматографическое определение дибутилсебацината	43
Газохроматографическое определение дибутилфталата, диоктилфталата, дибутилсебацината и диоктиладипината	47
Газохроматографическое определение изопропилхлорекса	52
Газохроматографическое определение кетоэфира	55
Газохроматографическое определение компонентов бензометанольной смеси (метанол,изобутанол,углеводороды)	60
Хроматографическое определение которана	65
Фотометрическое определение канифоли	69
Газохроматографическое определение летучих жирных кислот	72
Спектрофотометрическое определение масляного аэрозоля	76

стр.

Полярографическое определение марганца и железа..... 80

Полярографическое определение меди..... 86

Газохроматографическое определение метанола из бензо-метанольной смеси..... 90

Фотометрическое определение метурина..... 93

Полярографическое определение молибдена..... 97

Газохроматографическое определение метилового, этилового, изопропилового, н-пропилового, н-бутилового, втор-бутилового и изобутилового спиртов..... I02

Газохроматографическое определение 3-нитро-4-хлорбензотрифторида..... I06

Газохроматографическое определение норборнена и норборнадиена..... I09

Газохроматографическое определение окиси углерода..... II3

Полярографическое определение свинца, олова, меди и кадмия при совместном присутствии..... II7

Спектрофотометрическое определение стиромаля..... I22

Газохроматографическое определение тетраэтилсвинца..... I25

Полярографическое определение титана..... I29

Фотометрическое определение тиодифениламина..... I34

Фотометрическое определение третичных жирных аминов и аминоспиртов (триэтиламина, диметилэтаноламина, диэтилэтаноламина, триэтаноламина)..... I37

Фотометрическое определение трифторметилфенилмочевины... I42

Хроматографическое определение фенурона..... I45

Фотометрическое определение фенилметилмочевины..... I50

Фотометрическое определение хлористого натрия..... I53

Хроматографическое определение хлорэндикового ангидрида. I56

Полярографическое определение хрома (УI и Ш)..... I6I

[illegible] определение цианистого водорода..... I67

Газохроматографическое определение этилена, пропилена и ацетальдегида..... I7I

gost.e-ecolog.ru