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.

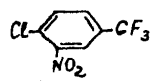
Л-79263 от 28.10.83г. Зак. 1943 Тир. 1000

Типография Министерства Здравоохранения СССР.

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Главного
государственного
санитарного врача СССР
А.И.ЗАИЧЕНКО
"06" сентября 1983 г.
№1903-83

# МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

## ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ 3-НИТРО-4-ХЛОРБЕНЗОТРИФТОРИДА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



M = 225,5

3-Нитро-4-хлорбензотрифторид - жидкость с неприятным запахом, т.кип. 113-115°С при 20 мм рт.ст., плотность 1,345, показатель преломления 1,4895. Хорошо растворяется в органических растворителях.

### 1. Характеристика метода

Определение основано на использовании метода газожидкостной хроматографии на приборе с детектором постоянной скорости рекомбинации (детектор по электронному захвату).

Отбор проб проводится с концентрированием в этанол.

Предел измерения - 0,0005 мкг в анализируемом объеме пробы.

Предел измерения в воздухе - 0,1 мг/м$^3$ (при отборе 5 л воздуха)

Диапазон измеряемых концентраций: 0,1 - 0,8 мг/м$^3$.

Определению не мешают *п*-хлорбензотрифторид, 3,5-динитро-4-хлорбензотрифторид.

Граница суммарной погрешности измерения не превышает ± 25%.

Предельно допустимая концентрация 3-нитро-4-хлорбензотрифторида - 0,5 мг/м$^3$.

### 2. Реактивы, растворы и материалы

3-нитро-4-хлорбензотрифторид.

Основной раствор 3-нитро-4-бензотрифторида готовят в

мерной колбе на 25 мл: взвешивают колбу с 5-10 мл этилового спирта, затем вносят одну каплю вещества, колбу закрывают пробкой и снова взвешивают. По разности взвешиваний определяют навеску 3-нитро-4-хлорбензотрифторида. Раствор в колбе доводят до метки этиловым спиртом и рассчитывают содержание вещества в 1 мл раствора.

Стандартный раствор с концентрацией 3-нитро-4-хлорбензотрифторида 10 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением основного раствора этиловым спиртом. Растворы хранятся в течение месяца.

Спирт этиловый, ГОСТ 5963-67, ректификат.

Газообразный азот, ГОСТ 9293-74, осч, в баллоне с редуктором

Твердый носитель: хроматон-N-AW, размер частиц 0,16-0,20 мм.

Жидкая фаза: апиезон L.

### 3. Приборы и посуда

Хроматограф с детектором постоянной скорости рекомбинации (в качестве источника $\beta$-излучения используется плутоний 239).

Колонка стеклянная, длиной 2 м и внутренним диаметром 3 мм.

Аспирационное устройство.

Поглотительные приборы с пористой пластинкой №2.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 25 и 100 мл.

Пипетки, ГОСТ 20292-74, емкостью 1, 2 и 5 мл.

Микрошприц МШ-10, емкостью 10 мкл.

Линейка и лупа измерительные.

### 4. Проведение измерения

#### Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 0,5 л/мин аспирируют через поглотительный прибор с пористой пластинкой, заполненный 5 мл этилового спирта. Поглотительный прибор охлаждают смесью мелко раздробленного льда и твердого хлористого натрия. Для определения 1/2 ПДК следует отобрать 5 л воздуха. Анализ проводят в день отбора проб.

Для набивки колонки используют готовый хроматон - N-AW с 15% апиезона L. Колонку кондиционируют 24 часа в термостате хроматографа при отключенном детекторе. Скорость газа-носителя-азота 30-35 мл/мин, температуру термостата постепенно повышают от 50° до 160°С. После этого колонку подсоединяют к детектору и снижают температуру до рабочей.

2 мкл пробы из поглотительного прибора вводят в хроматограф через самоуплотняющуюся мембрану в испаритеде. Для количественного определения используют метод абсолютной калибровки. Для этого в хроматограф вводят по 2 мкл стандартных растворов 3-нитро-4-хлорбензотрифторида с концентрациями 0,25; 0,5; 1,0; 1,5; и 2,0 мкг/мл. На основании полученных данных строят градуировочный график зависимости площади пика от концентрации вещества из пяти параллельных определений. Условия калибровки и анализа должны быть одинаковыми.

| | |
|---|---|
| Температура термостата колонки | 150°С |
| Температура испарителя | 230°С |
| Температура термостата детектора | 180°С |
| Скорость потока газа-носителя-азота | 30 мл/мин |
| Скорость потока азота для продувки детектора | 150 мл/мин |
| Объем вводимой пробы | 2 мкл |
| Время анализа | 15 мин |
| Время удерживания 3-нитро-4-хлорбензотрифторида | 5 мин 30 с |

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

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

где: $G$ – количество вещества, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;

$У_I$ – общий объем пробы, мл;

$У$ – объем пробы, взятый для анализа, мл;

$У_{20}$ – объем воздуха, л, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям по формуле (см.приложение 1).

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.

$t^\circ$ - 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-$\beta$-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 |

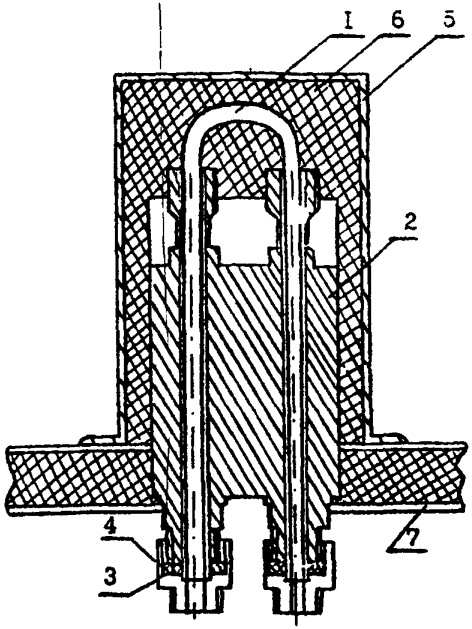



Рис.I. Общий вид установки реактора в испаритель.
I - реактор, 2 - испаритель, 3 - букса, 4 - штуцер, 5 - кожух испарителя, 6 - шлаковата, 7 - крышка блока анализатора.

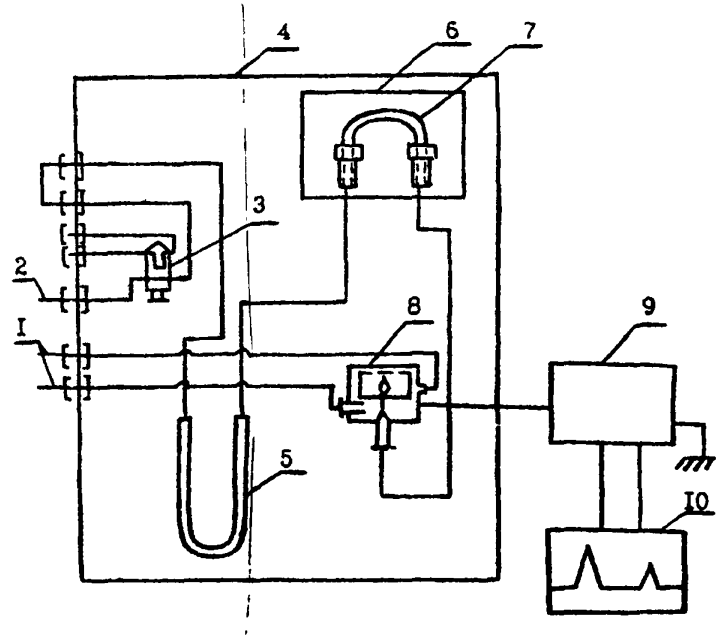



Рис.2. Схема подключения реактора.
I - подача воздуха, 2 - подача водорода, 3 - кран-дозатор, 4 - блок анализатора, 5 - хроматографическая колонка, 6 - кожух с теплоизоляционным материалом, 7 - реактор, 8 - детектор, 9 - усилитель, I0 - потенциометр.

## 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