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

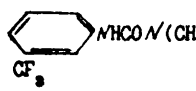
Редакционная коллегия: Кузьминых А.И., Македонская Р.Н., Овечкин В.Г.

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.
№ 2843-83

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ КОТОРАНА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



M = 232,2

Которан - высокоэффективный гербицид избирательного действия для борьбы с сорняками в посевах хлопчатника. Действующим началом препарата является N(3-трифторметилфенил)-N'N'-диметилмочевина. В чистом виде - белые кристаллы с $T_{пл}$= 163-164°С. Давление паров при 20°С 5.10^{7} мм.рт.ст. Хорошо растворим в ацетоне и спирте. Растворимость в воде при 20°С составляет 90 мг/л. В воздухе рабочей зоны может присутствовать в виде аэрозоля и пыли.

I. Характеристика метода

Определение основано на хроматографическом выделении котора-на в тонком слое, термическом разложении его до аминобензотрифто-рида и определении в виде окрашенного продукта сочетания диазоти-рованного аминобензотрифторида с α-нафтолом.

Отбор проб проводится с концентрированием на фильтр .

Предел измерения - 2 мкг в анализируемом объеме пробы.

Предел измерения в воздухе - 2,5 мг/м^3 (при отборе 20 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций: от 2,5 до 12,5 мг/м^3.

Граница суммарной погрешности измерения не превышает ±25%.

Определению не мешают аминобензотрифторид, бензотрифторид, м-нитробензотрифторид и о-дихлорбензол.

Предельно допустимая концентрация которана в воздухе 5 мг/м^3.

2. Реактивы, растворы и материалы

Спирт этиловый, ГОСТ 5963-67, ректификат.

Хлороформ, ГОСТ 3160-51, хч, свежеперегнанный.

Ацетон, ТУ 6-09-3513-75, осч, свежеперегнанный.

Кислота соляная, ГОСТ 3118-77, хч, уд.веса 1,19.

Натрий азотистокислый, ГОСТ 4187-74, чда.

Аммиак водный, ГОСТ 3760-79, чда, 25%-ный раствор.

Калия гидроокись, ГОСТ 4203-65, чда.

α-нафтол, ГОСТ 5838-79, ч.

Окись алюминия для хроматографии П-степени активности,

Гипс медицинский просеянный.

Которан, ч.

Основной раствор которана с концентрацией 1 мг/мл готовят растворением 100 мг вещества в ацетоне в мерной колбе на 100 мл. Раствор устойчив в течение года при хранении в холодильнике.

Стандартный раствор которана с концентрацией 10 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением основного раствора ацетоном. Раствор устойчив в течение года при хранении в холодильнике.

Проявляющий реагент: Раствор №1 - 4 мл концентрированной соляной кислоты разбавляют 46 мл дистиллированной воды, к раствору добавляют 1 г азотистокислого натрия. Раствор №2 - 2,8 г гидроокиси калия растворяют в 50 мл воды и добавляют 0,1 г α-нафтола. Растворы готовят перед употреблением.

Фильтры АФА-ВП-10.

3. Приборы и посуда

Аспирационное устройство.

Фильтродержатели.

Испаритель ротационный вакуумный ИР-I.

Камера хроматографическая с притертой крышкой.

Ступка фарфоровая с пестиком.

Пластинки стеклянные, размером 9x12 см.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74 ,емкостью 50 и 100 мл.

Пипетки, ГОСТ 20292-74 , емкостью I, 2, 5 и 10 мл.

Стаканы лабораторные стеклянные, ГОСТ 10394-72, емкостью 50 мл

Колбы стеклянные, ГОСТ 10394-72, емкостью 100 мл.

Воронки стеклянные, ГОСТ 8613-75, диаметром 56 мм.

Пробирки центрифужные, емкостью 5 мл.

Капилляры стеклянные, диаметром 0,5-0,6 мм.

4. Проведение измерения

Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 10 л/мин аспирируют через фильтр АФА-ВП-10, укрепленный в фильтродержателе. Для определения 1/2 ПДК необходимо отобрать 20 л воздуха.

Условия анализа

Приготовление хроматографических пластинок. Для приготовления сорбционной массы для 11 пластинок берут 50 г окиси алюминия, добавляют 5 г медицинского гипса и растирают в ступке. К однородной массе приливают 75 мл дистиллированной воды и быстро перемешав, наносят равномерно на каждую пластинку. Пластинки сушат при комнатной температуре 10-12 часов, хранят в специальных стеллажах закрытого типа.

Фильтр с отобранной пробой помещают в стакан, добавляют 10 мл спирта. Несколько минут промывают фильтр, затем сливают растворитель в мерную колбу емкостью 50 мл, отжимая фильтр стеклянной палочкой. Фильтр промывают еще три раза порциями по 10 мл спирта. Содержимое мерной колбы доводят до метки спиртом и тщательно перемешивают. Отбирают 2 мл раствора и переносят в центрифужную пробирку. В пробирку помещают стеклянный капилляр с заплавленным

верхним концом. Пробирку помещают на кипящую водяную баню и удаляют растворитель до объема 0,05-0,1 мл. Параллельно в аналогичные пробирки помещают серию стандартных растворов: 0,2; 0,3; 0,4 и 0,5 мл, что соответствует 2, 3, 4 и 5 мкг которана. В пробирки помещают заплавленные капилляры и удаляют растворитель до объема 0.05-0.1 мл.

Сконцентрированную пробу количественно переносят при помощи того же капилляра,но с отломанным заплавленным концом, на хроматографическую пластинку. Параллельно на пластинку с помощью капилляров наносят стандартные растворы с содержанием 2, 3, 4 и 5 мл которана. Хроматографирование сначала ведут в хлороформе. Затем пластинку вынимают и высушивают на воздухе. После этого пластинку помещают в систему ацетон- конц.аммиак (30:1) и позволяют растворителям подняться до половины пластинки. Затем пластинку помещают в сушильный шкаф и выдерживают 30 минут при 160°С. После охлаждения пластинку обрабатывают проявляющим раствором №1, а затем №2. Которан проявляется на пластинке в виде розовых пятен с R_f=0,53 ± 0,02. Если в пробе присутствует аминобензотрифторид, он проявится на хроматограмме в виде розового пятна с R_f=0,74±0,02.

Количественное определение которана в анализируемой пробе проводят визуально или на денситометре "БИАН-170". Количество вещества в анализируемом объеме находят по отношению интегральных значений концентрации красителя образцов и "свидетелей".

Концентрацию которана в мг/м³ воздуха (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G \cdot V_1}{V \cdot V_{20}};$$

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

V_1 – общий объем пробы, мл;

V – объем пробы, взятый для анализа, мл;

V_{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

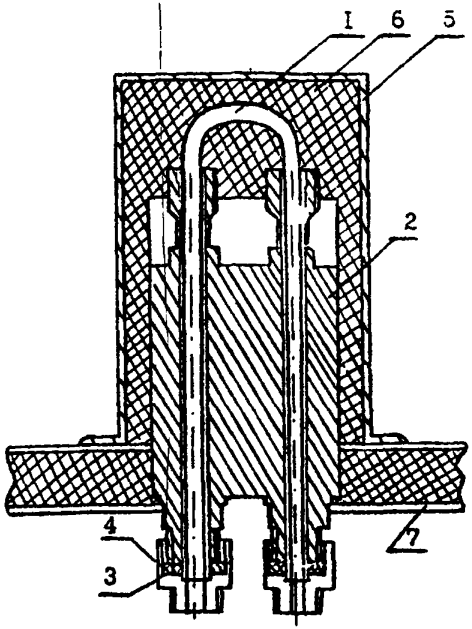


Рис.I. Общий вид установки реактора в испаритель.
I - реактор, 2 - испаритель, 3 - букса, 4 - штуцер, 5 - кожух испарителя, 6 - шлаковата, 7 - крышка блока анализатора.

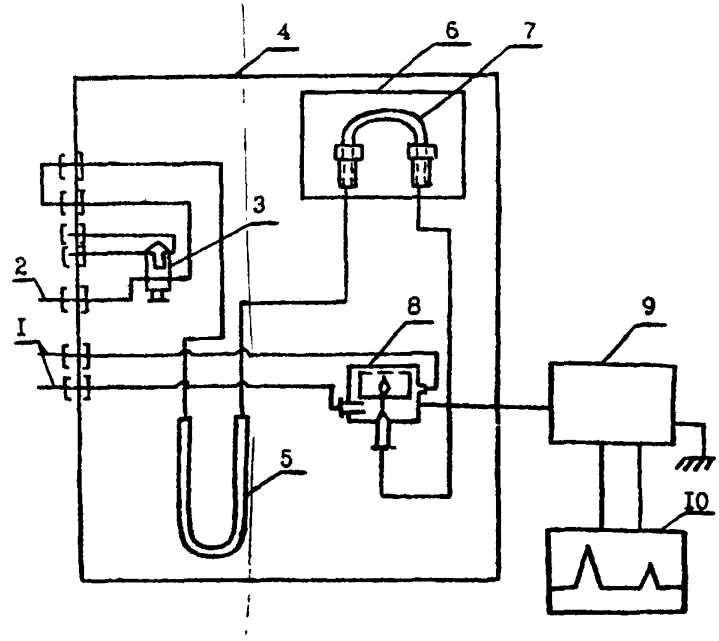


Рис.2. Схема подключения реактора.
I - подача воздуха, 2 - подача водорода, 3 - кран-дозатор, 4 - блок анализатора, 5 - хроматографическая колонка, 6 - кожух с теплоизоляционным материалом, 7 - реактор, 8 - детектор, 9 - усилитель, I0 - потенциометр.

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