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" декабря 1983 г.
№ 2823-83

# МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ ДИБУТИЛСЕБАЦИНАТА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

$[(CH_2)_4COOC_4H_9]_2$ М = 314,47

Дибутилсебацинат (ДБС) - растворим в органических растворителях и углеводородах, растворимость в воде 0,1%. Т.кип.344-345°С.

## I. Характеристика метода

Определение основано на использовании метода газожидкостной хроматографии на приборе с пламенноионизационным детектором.

Отбор проб проводится с концентрированием на фильтр.

Предел измерения - 0,05 мкг в анализируемом объеме пробы.

Предел измерения в воздухе - 5 мг/м$^3$ (при отборе 5-10 л воздуха, в зависимости от агрегатного состояния).

Диапазон измеряемых концентраций: 5,0 - 50 мг/м$^3$.

Определению мешают минеральные масла при содержании их выше 50 мг/м$^3$.

Граница суммарной погрешности измерения не превышает ±25%.

Предельно допустимая концентрация ДБС в воздухе - 10 мг/м$^3$.

## 2. Реактивы, растворы и материалы

Дибутилсебацинат, хч.

Основной раствор ДБС с концентрацией 100 мкг/мл готовят растворением 10 мг его в 100 мл четыреххлористого углерода.

Стандартные растворы ДБС с концентрациями 25 - 70 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением основного раствора четыреххлористым углеродом.

Спирт этиловый, ГОСТ 5962-67, ректификат.

Углерод четыреххлористый, ГОСТ 5827-68, чда.

Твердый носитель - хроматон *N-AW*, фракция 0,2-0,25 мм.

Неподвижная фаза - силиконовый каучук *SE*-30.

Газообразные азот, ГОСТ 9293-74, водород, ГОСТ 3022-70 и воздух, ГОСТ 11882-73, в баллонах с редукторами.

Фильтры АФА-ВП-10.

### 3. Приборы и посуда

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором.

Колонка стеклянная, длиной 1 м и диаметром 4 мм.

Аспирационное устройство.

Фильтродержатели.

Поглотительные приборы с пористой пластинкой №1.

Ротационный испаритель.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 25 и 50 мл.

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

Пробирки с пришлифованными пробками, высотой 8-9 см.

Микрошприц, емкостью 10 мкл

Баня водяная.

Чашки фарфоровые, емкостью 25 мл.

Линейка и лупа измерительные.

### 4. Проведение измерения

#### Условия отбора проб воздуха

Для определения аэрозоля ДБС воздух аспирируют через фильтр АФА-ВП-10 со скоростью 10 л/мин. Для определения 1/2 ПДК достаточно отобрать 10 л воздуха.

В случае паров ДБС воздух аспирируют через поглотительный прибор с пористой пластинкой, заполненный 5 мл этилового спирта со скоростью 0,5 л/мин при охлаждении (вода со льдом). Для определения 1/2 ПДК необходимо отобрать 5 л воздуха.

Приготовление насадки для хроматографической колонки.

Хроматон N-AW (10 г) заливают в круглодонной колбе раствором силикона SE-30 (0,5 г) в хлороформе. Растворитель отгоняют под вакуумом на водяной бане с использованием роторного испарителя. Сухой насадкой под давлением или под вакуумом набивают колонку. Кондиционирование колонки ведут в течение 10-12 часов при 230°С.

Общую подготовку прибора проводят согласно инструкции.

Фильтр с отобранной пробой аэрозоля ДБС переносят в пробирку с притертой пробкой, заливают 2 мл $CCl_4$ и оставляют на 20 мин при комнатной температуре.

Пробу, отобранную на пары ДБС, переносят из поглотительных приборов в фарфоровые чашки, промывают поглотительные приборы 1 мл спирта и упаривают на водяной бане при температуре не выше 60°С. Полученный остаток растворяют в 1 мл $CCl_4$.

2 мкл пробы вводят в хроматограф через самоуплотняющуюся мембрану в испарителе. Для количественного определения используют метод абсолютной калибровки. Для этого в хроматограф вводят по 2 мкл каждого из стандартных растворов ДБС. На основании полученных данных строят градуировочный график зависимости высоты пиков от концентрации ДБС из пяти параллельных определений. Условия калибровки и анализа должны быть одинаковыми.

| | |
|---|---|
| Длина колонки | 1 м |
| Диаметр колонки | 4 мм |
| Насадка | хроматон N-AW с 5% SE-30. |
| Температура колонки | 220°С |
| Температура детектора | 290°С |
| Температура испарителя | 300°С |
| Скорость потока газа-носителя (азота) | 60 мл/мин |
| Скорость потока водорода | 30 мл/мин |
| Скорость потока воздуха | 300 мл/мин |
| Скорость диаграммной ленты | 600 мм/час |

| | |
|---|---|
| Объем вводимой пробы | 2 мкл |
| Продолжительность анализа | 3 мин |
| Время удерживания ДБС | 2 мин |

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

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

где: $G$ - количество вещества, 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.

$t^\circ$ - 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 |

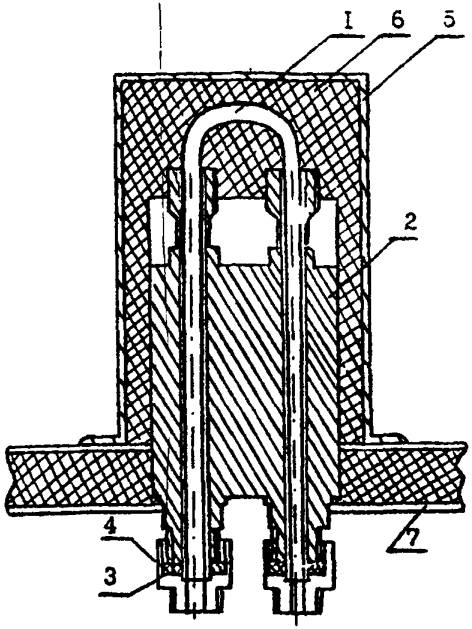



Рис.I. Общий вид установки реактора в испаритель.
I - реактор, 2 - испаритель, 3 - букса, 4 - штуцер, 5 - кожух испарителя, 6 - шлаковата, 7 - крышка блока анализатора.

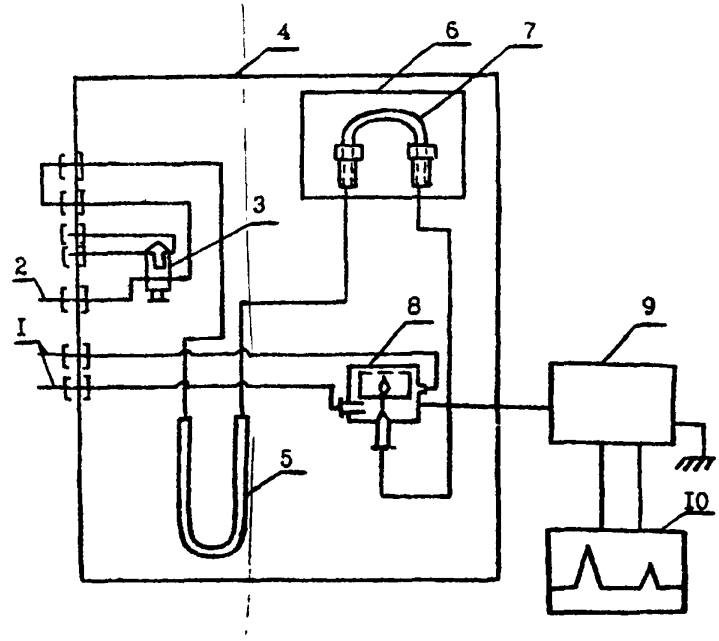



Рис.2. Схема подключения реактора.
I - подача воздуха, 2 - подача водорода, 3 - кран-дозатор, 4 - блок анализатора, 5 - хроматографическая колонка, 6 - кожух с теплоизоляционным материалом, 7 - реактор, 8 - детектор, 9 - усилитель, I0 - потенциометр.

## 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