

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ
В ВОЗДУХЕ**

Выпуск XVII

Москва, 1981 г.

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ
В ВОЗДУХЕ**

Выпуск XVII

Москва, 1981 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.

Редакционная коллегия: В.Б.Дорогова, М.Л.Бабина,
В.Г.Овечкин, В.А.Хомутова, Г.В.Медведева

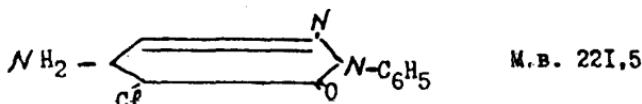
УТВЕРЖДАЮ:

Заместитель Главного
государственного
санитарного врача СССР

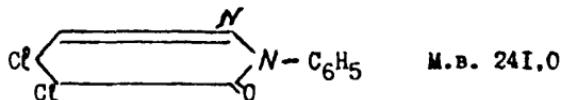
Д.И.ЗАЙЧЕНКО
А.И.ЗАЙЧЕНКО

"13" марта 1981 г.
№ 2340-IV

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
НА ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ
ФЕНАЗОНА И ДИХЛОРПИРИДАЗОНА В ВОЗДУХЕ



Действующее начало феназона - I-фенил-4-амино-5-хлорпиродазон-6. В чистом виде - белые кристаллы с т.пл. 205-206°С. Давление при 40°С $1 \cdot 10^{-4}$ мм.рт.ст. Хорошо растворим в метиловом, этиловом спиртах, ацетоне, этилацетоне.



Дихлорпиродазон - I-фенил-4,5-дихлорпиродазон-6 в чистом виде - белое кристаллическое вещество с т.пл. 161-164°С. Упругость паров при 20°С $4,6 \cdot 10^{-6}$ мм.рт.ст., при 40°С - $39 \cdot 10^{-6}$ мм.рт.ст. Хорошо растворим в метиловом и этиловом спиртах, ацетоне, этилацетоне.

I. Общая часть

1. Определение основано на использовании газожидкостной хроматографии на приборе, снабженном детектором по захвату электронов.
2. Предел обнаружения $1 \cdot 10^{-3}$ мкг /Инг/ феназона и $3 \cdot 10^{-4}$ мкг /0,3 нг/ дихлорпиродазона в анализируемом объеме раствора.
3. Предел обнаружения в воздухе феназона $0,05$ мг/м³, дихлорпиродазона $0,025$ мг/м³ /расчетный/.
4. Погрешность определения $\pm 5\%$.
5. Диапазон измеряемых концентраций феназона $0,05$ - $0,6$ мг/м³, дихлорпиродазона $0,05$ - $0,75$ мг/м³.
6. Определению не мешают фенилгидразин, мукохлорная и соляная кислоты.

7. Пределенно допустимая концентрация в воздухе феназона 0,1
дихлорпиридазона - 0,05 мг/м³ /временно/

II. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые реактивы:

Феназон, х.ч.

Дихлорпиридазон, х.ч.

Стандартный раствор феназона в этилацетате с содержанием 0,2; 0,4;
1,0; 2,0; 3,0; 100 мкг/мл

Стандартный раствор дихлорпиридазона с содержанием 0,1; 0,5; 1,0;
2,0; 3,0 мкг/мл.

Срок хранения стандартных растворов 10 дней

Этиловый спирт, ТУ И9П-39-69, высушенный над Na_2SO_4 безводным
Этилацетат, х.ч., МРТУ 6-09-65-15-70.

Хроматон Н-АМ-ДнСС /0,20-0,25 мл/ с 5% ХЕ-60 или аналогичный товар-
ный носитель с той же жидккой фазой.

Сульфат натрия безводный, х.ч., ГОСТ 41-66-76.

Азот особой чистоты в баллоне с редуктором.

9. Применяемые посуда и приборы

Хроматограф марки АЛ-8 КДП с детектором по захвату электронов или
аналогичный прибор.

Стеклянная колонка длиной 150 см и внутренним диаметром 3,5 мм.

Аспирационное устройство.

Фильтродержатель.

Фильтры АФ-В-20.

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

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

Пробирки с пришлифованными пробками, емкостью 5 мл.

Химические стаканы, емкостью 100 мл.

Микрошприцы типа "Гамильтон" или аналогичные, емкостью 10 мкл.

Секундомер.

Ротационный вакуумный испаритель.

Линейка и лупа измерительные

Ш. Отбор проб воздуха

10. Воздух со скоростью 10 л/мин протягивают через фильтр, зак-
репленный в фильтродержателе.

Для определения I/2 предельно допустимой концентрации феназона
и дихлорпиридазона следует отобрать 20 л воздуха.

IV. Описание определения

Хроматографическую колонку заполняют готовой насадкой - хроматоном N -AW, промытым кислотой и силанизированным ДМС S /0,20-0,25 мм/ с 5% ХЕ-60 или аналогичным товарным носителем - с подсоединением - слабого вакуума. Колонку кондиционируют при скорости азота 75 мл/мин. в-режиме программирования температуры от 50 до 270 $^{\circ}$ С со скоростью нагрева 4 $^{\circ}$ С/мин., а затем в изотермическом режиме при 270 $^{\circ}$ С в течение 6-8 час. без подсоединения колонки к детектору. Общую подготовку прибора проводят согласно инструкции.

Фильтр переносят в химический стакан и заливают 15 мл этилового спирта. С помощью стеклянной палочки отжимают фильтр, растворитель сливают в грушевидную колбу ротационного вакуумного испарителя. Операцию промывки проводят трижды. Спирт отгоняют из грушевидной колбы с помощью ротационного вакуумного испарителя досуха. К сухому остатку пипеткой добавляют 5 мл этилацетата, колбу закрывают пришлифованной пробкой и тщательно обмывают стенки колбы растворителем. Ввод пробы осуществляют микрошиприцем через самоуплотняющуюся мембрану в испарителе хроматографа.

Условия анализа

Длина колонки	120 см
Диаметр колонки	0,35 см
Твердая фаза	хроматон N -AW /0,20-0,25 мм/ ХЕ-60 /5%/
Жидкая фаза	
Температура колонки:	
для феназона	250 $^{\circ}$
для дихлорпиридазона	220 $^{\circ}$
Газ-носитель	азот особой чистоты
Скорость потока азота:	
для продувки колонки	80 мл/мин
для поддува детектора	100 мл/мин
Скорость диаграммной ленты	0,33 см/мин
Объем вводимой пробы:	
феназона	5 мкл
дихлорпиридазона	3 мкл
Абсолютное время удержания при 250 $^{\circ}$:	
феназона	10 мин.7 сек
дихлорпиридазона	0 мин 47 сек

Абсолютное время удержания при 220⁰С:

феназона

36 мин. 40 сек.

дихлорпиридазона

I мин. 57 сек.

Коэффициентное определение проводят методом абсолютной калибровки по высоте пиков. Для построения калибровочного графика в хроматограф последовательно вводят в 5-тикратной повторности по 5 мкл стандартных растворов феназона с содержанием последнего 0,0; 0,1; 0,5; 5,0; 20 мкг/мл и дихлорпиридазона с концентрацией 0,1; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; мкг/мл. После чего строят график зависимости высоты пика в мм от концентрации феназона или дихлорпиридазона в нр.

Концентрацию феназона или дихлорпиридазона в мг/м³ воздуха /х/ вычисляют по формуле:

$$x = \frac{G \cdot V_i}{V \cdot V_{20}}, \text{ где}$$

G - количество вещества, найденное в анализируемом объёме пробы, нг.

V_i - общий объём пробы, мл.

V - объём аликовоты, вводимой в хроматограф, мкл.

V₂₀ - объём воздуха в 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:

$$V_{20} = \frac{V_t \cdot (273+20) \cdot P}{(273+t) \cdot 101,33}, \text{ где}$$

V_t - объем воздуха отобранный для анализа, л

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

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

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

К ОЭФФИЦИЕНТЫ
для приведения объёма воздуха к стандартным условиям: температура + 20°C
и атмосферное давление 101,33 кПа

°C	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	I.1582	I.1646	I.1709	I.1772	I.1836	I.1899	I.1963	I.2026	I.2058	I.2122	I.2185	
-26	I.1393	I.1456	I.1519	I.1581	I.1644	I.1705	I.1768	I.1831	I.1862	I.1925	I.1986	
-22	I.1212	I.1274	I.1336	I.1396	I.1458	I.1519	I.1581	I.1643	I.1673	I.1735	I.1795	
-18	I.1036	I.1097	I.1158	I.1218	I.1278	I.1338	I.1399	I.1460	I.1490	I.1551	I.1611	
-14	I.0866	I.0926	I.0986	I.1045	I.1105	I.1164	I.1224	I.1284	I.1313	I.1373	I.1432	
-10	I.0701	I.0760	I.0819	I.0877	I.0936	I.0994	I.1053	I.1112	I.1141	I.1200	I.1258	
-6	I.0540	I.0599	I.0657	I.0714	I.0772	I.0829	I.0887	I.0945	I.0974	I.1032	I.1089	
-2	I.0385	I.0442	I.0499	I.0556	I.0613	I.0669	I.0726	I.0784	I.0812	I.0869	I.0925	
0	I.0309	I.0366	I.0423	I.0477	I.0535	I.0591	I.0648	I.0705	I.0733	I.0789	I.0846	
+2	I.0234	I.0291	I.0347	I.0402	I.0459	I.0514	I.0571	I.0627	I.0655	I.0712	I.0767	
+6	I.0087	I.0143	I.0198	I.0253	I.0309	I.0363	I.0419	I.0475	I.0502	I.0557	I.0612	
+10	0.9944	0.9999	I.0054	I.0108	I.0162	I.0216	I.0272	I.0326	I.0353	I.0407	I.0462	
+14	0.9806	0.9860	0.9914	0.9967	I.0027	I.0074	I.0128	I.0183	I.0209	I.0263	I.0316	
+18	0.9671	0.9725	0.9778	0.9830	0.9884	0.9936	0.9989	I.0043	I.0069	I.0122	I.0175	
+20	0.9605	0.9658	0.9711	0.9763	0.9816	0.9868	0.9921	0.9974	I.0000	I.0053	I.0105	
+22	0.9539	0.9592	0.9645	0.9696	0.9749	0.9800	0.9853	0.9906	0.9932	0.9985	I.0036	
+24	0.9475	0.9527	0.9579	I.0631	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	I.0503	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	I.0318	0.9368	0.9418	0.9468	0.9519	0.9544	0.9595	0.9644	
+38	0.9049	0.9099	0.9149	I.0198	0.9248	0.9297	0.9347	0.9397	0.9421	0.9471	0.9520	

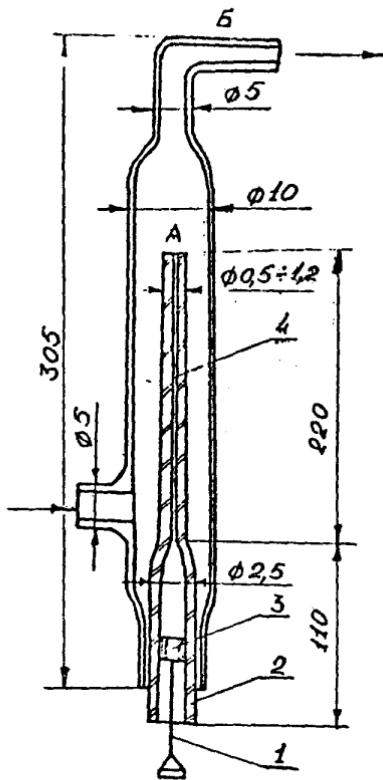


Рис.1. Установка для приготовления эталонных смесей с помощью диффузионного дозатора

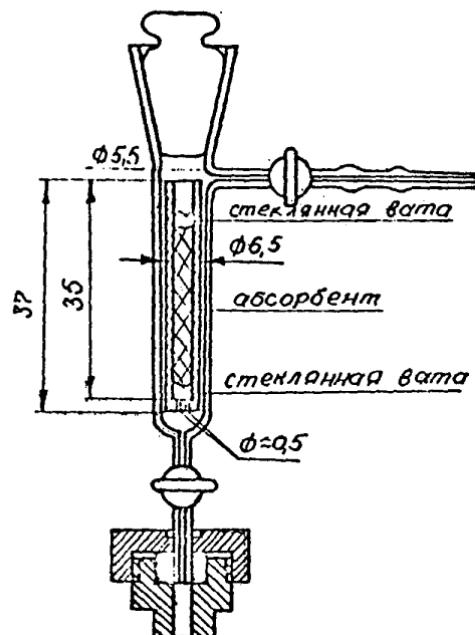


Рис.2. Устройство для ввода сконцентрированных в концентраторе проб в хроматограф.

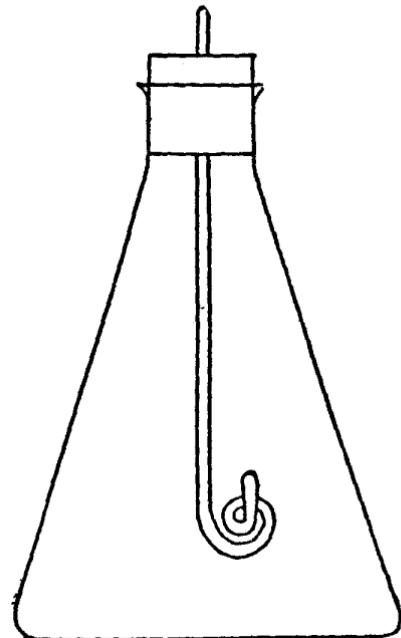


Рис.3. Колба для сушки фильтров на определение содержания серы.

С П И С О К

институтов, представивших методики в
данный сборник

№	ВЕЩЕСТВО	Наименование института
III		
I.	Амидолирин	Харьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
2.	Афуган	ВНИИ ГИНТОКС, г.Киев
3.	Бензантрон	Харьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
4.	Бензилпенициллин	ВНИИ антибиотиков, г.Москва
5.	Бензоксазолон	Московский медицинский институт
6.	Гексахлорбутадиен	ВНИИ противофиллоксерная станция, г.Одесса
7.	Двуокись рутенита	I-й медицинский институт, г.Москва
8.	Дикрил и менид	ВНИИ Гинтокс, г.Киев
9.	Диметилполорвенимифосфат (ДПВФ)	ВНИИ химических средств защиты растений, г.Москва.
10.	Диметилдихлорвинилифосфат, -гексахлорциклогексан, дихлордифенилтрихлорэтан	Казанский институт охраны труда
II.	Диметилтерефталат, метилбензоат, метилтолуилат, метиловый и п-толуиловый спирты, п-толуиловый альдегид, п-толуиловая кислота, п-ксилол и дитолилметан	Ангарский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
12.	Диметилицианамид	Университет дружбы народов им.П.Лумумбы.
13.	I,3 - дихлорпропилен	Новосибирский санитарный институт.
14.	3,4 - дихлорпропиоанилид	Горьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний, ВНИИ хим.средств защиты растений.
15.	Дурсбан	ВНИИ Гинтокс, г.Киев
16.	Зоокумарин	Тбилисский институт гигиены труда и профзаболеваний.
17.	Лассо СР-52223, суффикс ВНИИ Гинтокс, г.Киев	

1	2	3
18. Малоран	ВНИИГиТокс, г.Киев	
19. Метанол в присутствии формальдегида	Новосибирский санитарный институт	
20. Метилизобутилкетон	Уфимский институт гигиены труда и профзаболеваний	
21. Окись, гидроокись стронция	I-й Медицинский институт, г.Москва	
22. 2,3-оксидафтойная кислота	Харьковский институт гигиены труда и профзаболеваний	
23. Олеандомицин	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва	
24. Суммарное содержание нарафиновых углеводородов $C_1 - C_{10}$ и ароматических углеводородов	ВНИИ углеводородного сырья, г.Казань	
25. Пентахлорацетофонон	Львовский медицинский институт	
26. Ширимор	Киевский институт гигиены труда и профзаболеваний	
27. Рицид	ВНИИ ГИИТОКС, г.Киев	
28. Сероокись	Волгоградская СЭС	
29. Сера	Свердловский институт гигиены труда и профзаболеваний	
30. Смолистые вещества	То же	
31. Тачигарен	ВНИИ ГИИТОКС, г.Киев	
32. Топсин НФ-35 и НФ-	То же	
33. Трехбромистый бор	Новосибирский санитарный институт	
34. I-фенил, 4-5 дихлориридаzon	Уфимский институт гигиены труда и профзаболеваний	
35. II-фенилендималеимид	Гор. СЭС, г.Москва	
36. Фенозон и дихлориридаzon	ВНИИ хим. средств защиты растений, г.Москва	
37. Фталан	Тбилисский институт гигиены труда и профзаболеваний	
38. Фтористый алуминий	ЦДУВ Кафедра промгигиени, г.Москва	
39. Фторотан, ингалан, дизтиловый эфир, этиловый спирт	Институт гигиены труда и профсаноследствий АМН СССР, г.Москва	
40. 6-хлорбензоксазолон и хлорметил - 6-хлорбензоксазолон	Львовский медицинский институт	
41. I-хлор - 2 этилгексан	Гор.СЭС, г.Москва	
42. Цианилин и цианистый водород	Тбилисский институт гигиени труда и профзаболеваний	
43. Чиник и кадмий	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва	

С О Д Е Р Ж А И Е

	стр.
I. Методические указания на колориметрическое определение амидопирина в воздухе	3
2. Методические указания на хроматографическое определение афугана в воздухе	6
3. Методические указания на фотометрическое определение бензантрена в воздухе	9
4. Методические указания на фотометрическое определение бензилпенициллина в воздухе	12
5. Методические указания на спектрофотометрическое определение бензоксазолона в воздухе	16
6. Методические указания на хроматографическое определение гексахлорбутадиена в воздухе.....	19
7. Методические указания на фотометрическое определение двуокиси рутения в воздухе	22
8. Методические указания на хроматографическое определение дикрила и менида в воздухе	25
9. Методические указания на газохроматографическое определение диметилдихлорвинилфосфата в воздухе,.....	29
10. Методические указания на газохроматографическое определение диметилдихлорвинилфосфата, γ -гексахлорциклогексана и дихлордифенилтрихлорэтана в воздухе	33
II. Методические указания на газохроматографическое определение диметилтерефталата, метилацетата, метилбензоата, метилтолуилата, метилового и п-толуилового спиртов, п-толуилового альдегида, п-толуидовой кислоты, п-коинола и дитолилметана в воздухе	37
12. Методические указания на фотометрическое определение диметилицианамида в воздухе	42
13. Методические указания на газохроматографическое определение I-3 - дихлорпропилена в воздухе	45
14. Методические указания на газохроматографическое определение 3,4 - дихлорпропиоанилида в воздухе.....	49
15. Методические указания на газохроматографическое определение дурсбана в воздухе	52

	Стр.
16. Методические указания на хроматографическое определение воокумарина в воздухе	56
17. Методические указания на спектрофотометрическое определение лиссо, СР-5222, суффикса в воздухе	59
18. Методические указания на хроматографическое определение малорана в воздухе	62
19. Методические указания на газохроматографическое определение малорана в воздухе	65
20. Методические указания на фотометрическое определение метанола в присутствии формальдегида в воздухе	68
21. Методические указания на хроматографическое определение метилизобутилкетона в воздухе	73
22. Методические указания на спектральное определение оксион и гидроокиси стронция в воздухе	77
23. Методические указания на фотометрическое определение 2,3-оксинафтойной кислоты в воздухе	80
24. Методические указания на фотометрическое определение олеандрипина в воздухе	83
25. Методические указания на газохроматографическое определение суммарного содержания парафиновых углеводородов $C_1 - C_{10}$ и ароматических углеводородов в воздухе	86
26. Методические указания на хроматографическое определение пентахлорацетофенона в воздухе	91
27. Методические указания на спектрофотометрическое определение пираморса в воздухе	94
28. Методические указания на хроматографическое определение рицила в воздухе	97
29. Методические указания на газохроматографическое определение сироокиси в воздухе	100
30. Методические указания на фотометрическое определение серы в воздухе	103
31. Методические указания на флуоресцентное определение смолистых веществ в воздухе	106
32. Методические указания на хроматографическое определение тачигарена в воздухе	109
33. Методические указания на хроматографическое определение топсинов НФ-35 и НФ-44 в воздухе	112
34. Методические указания на фотометрическое определение трехбромистого бора и продуктов его разложения в воздухе	115

35. Методические указания на фотометрическое определение I-фенил, 4-5-дихлорпиридазона – в воздухе.....	II9
· . Методические указания на фотометрическое определение м-фениленцималеимида в воздухе.....	I22
37. Методические указания на газохроматографическое определение феназона и дихлорпиридазона в воздухе	I26
· . Методические указания на фотометрическое определение фталана в воздухе	I30
39. Методические указания на фотометрическое определение фтористого алюминия в воздухе	I33
· . Методические указания на газохроматографическое определение фторотана, ингалана, диэтанового эфира и этилового спирта в воздухе	I36
· . Методические указания на спектрофотометрическое определение 6-хлорбензоксазолона и хлорметил-6-хлорбензоксазолона в воздухе.....	I40
42. Методические указания на фотометрическое определение I – хлор – 2 этил-гексана в воздухе.....	I43
· . Методические указания на фотометрическое определение цианилата и цианистого водорода в воздухе	I46
44. Методические указания на полярографическое определение никеля и кадмия в воздухе	I50
· . Приложение 1. Приведение объема воздуха к стандартным условиям	I53
· . Приложение 2. Таблица коэффициентов для различных температур и давления	I54
47. Приложение 3. Рисунки.....	I55
48. Приложение 4. Список институтов, представивших Методики	I56