

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

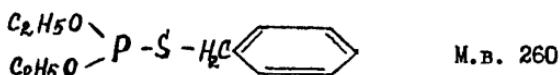
УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного
государственного
санитарного врача СССР

А.И. ЗАЙЧЕНКО
"18" марта 1981 г.

№ 2331-81

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
НА ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ
РИЦИДА В ВОЗДУХЕ



Действующим началом рицида является - 0,0- диэтилбензилтиофосфат. Бесцветная жидкость с т.кип. 110°C при 0,1 мм рт.ст. В воде слабо растворим, хорошо растворяется в органических растворителях, разрушается при высокой температуре и в щелочной среде.

I. Общая часть

1. Определение основано на хроматографировании рицида в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зон локализации препарата бромфеноловым реагентом.

2. Предел обнаружения I мкг в анализируемом объеме раствора.
3. Предел обнаружения в воздухе 0,05 мг/м³ (расчетный).
4. Погрешность определения $\pm 20\%$
5. Диапазон измеряемых концентраций 0,05-10 мг/м³
6. Определению не мешают наполнители технических продуктов. Определению могут мешать фосфорорганические пестициды-производные тио- и дитиофосфорной кислоты с близким значением величины R_f.
7. Ориентировочно безопасный уровень воздействия - 0,3 мг/м³ (аэрозоль+пары).

II. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые реагенты и растворы.

Рицид, х.ч.

Стандартный раствор № I, содержащий 100 мкг/мл рицида, готовят растворением 10 мг действующего начала препарата в хлороформе в

в мерной колбе на 100 мл. Срок хранения раствора в холодильнике 30 дней.

Стандартные растворы № 2,3,4,5, содержащие 10,20,40,60 мкг/мл рицида, готовят в мерных пробирках на 10 мл путем разбавления хлороформом стандартного раствора № I. Срок хранения раствора I день.

Хлороформ, х.ч., ГОСТ 3160-51.

Натрий сорбокислый безводный, ч.д.а., ГОСТ 4166-66.

Ацетон, ч.д.а., ГОСТ 2603-71.

Бромфеноловый синий индикатор, ч.д.а., ТУ 6-09-1058-71.

Серебро азотнокислое, ч.д.а., ГОСТ 1277-63.

Уксусная кислота, х.ч., ГОСТ 61-69,5% раствор по объему.

Произвляющий реактив: растворяют 0,05 г бромфенолового синего в 10 мл ацетона и доводят до 100 мл 0,5% водно-ацетоновым раствором азотнокислого серебра (1 часть воды и 3 части ацетона).

9. Применяемые посуда и приборы.

Аспирационное устройство.

Фильтродержатели.

Фильтры АФА-ХЛ-20.

Поглотительные приборы с пористой пластинкой № I.

Хроматографические камеры.

Пульверизаторы стеклянные.

Ротационный испаритель.

Посуда лабораторная стеклянная, мерная по ГОСТ 1770-74.

Ш. Отбор проб воздуха

10. Воздух со скоростью 5 л/мин протягивают через фильтр, помещенный в фильтродержатель. Одновременно воздух аспирируют со скоростью 1 л/мин через 2 поглотителя с пористой пластинкой № I, содержащие по 10 мл хлороформа. Поглотители охлаждают льдом. Для определения 1/2 предельно-допустимой концентрации следует отобрать 20 л воздуха.

ІV. Описание определения

ІІ. Фильтры помещают в стакан емкостью 50 мл, приливают 15 мл дистиллового эфира и оставляют на 10 минут. Раствор сливают в колбу ротационного испарителя, тщательно отжимая фильтр стеклянной палочкой. Эту операцию повторяют 2-3 раза. В колбу ротационного испарителя переносят также растворы из поглотительных приборов и испаряют растворитель под вакуумом. Остаток растворяют в 0,3 мл хлороформа. На стартовую линию хроматографической пластиинки наносят раствор и по 0,2 мл стандартных растворов № 2,3,4,5. Пластиинку помещают в хроматографическую камеру, в которую за 30 мин. до хроматог-

рафирования налит подвижный растворитель - хлороформ - в такое количество, чтобы пластина погружалась не более чем на 0,5 см. После того, как подвижный растворитель поднимется на 10 см, пластиинку вынимают из камеры, отмечают линию фронта, сушат до удаления паров хлороформа. Опрыскивают пластиинку проявляющим реагентом и помещают на 2 мин. в сушильный шкаф, нагретый до 110°C. После охлаждения пластиинку опрыскивают 5% раствором уксусной кислоты. Величина R_f рицида 0,30±0,05.

Количественное определение производят путем сравнения площади пятен стандартных растворов и проб. Площадь пятен измеряют с помощью промасленной миллиметровой бумаги и по данным для стандартных растворов строят калибровочный график.

Концентрацию рицида в мг/м³ воздуха (x) вычисляют по формуле:

$$x = \frac{c_1}{V_{20}}, \text{ где}$$

c_1 - содержание рицида в анализируемом объеме пробы, мкг;

V_{20} - объем пробы 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	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	

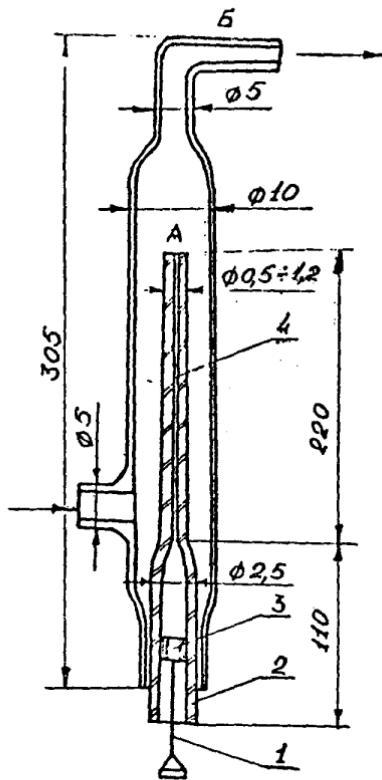


Рис.1. Установка для приготовления эталонных смесей с помощью диффузионного дозатора

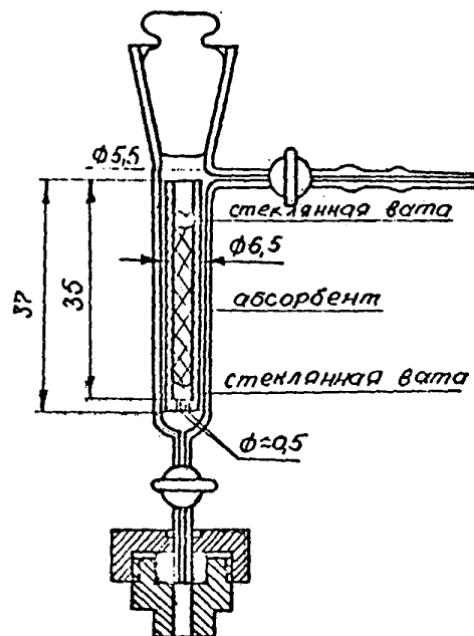


Рис.2. Устройство для ввода сконцентрированных в концентраторе проб в хроматограф.

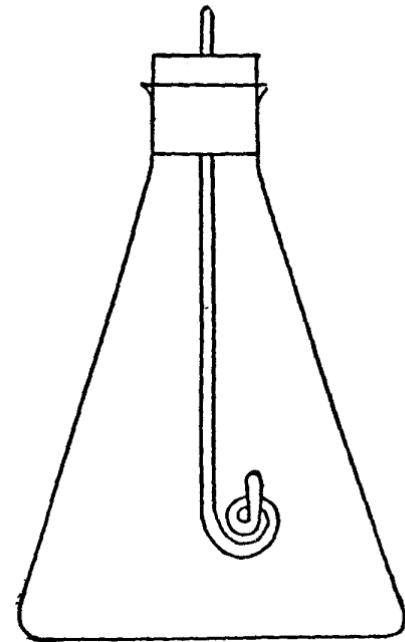


Рис.3. Колба для сушки фильтров на определение содержания серы.

С П И С О К

институтов, представивших методики в
данный сборник

№ III	ВЕЩЕСТВО	Наименование института
I.	Амидолирин	Харьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
2.	Афуган	ВНИИ ГИИТОКС, 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	1-й медицинский институт, г.Москва
8.	Дикрил и менид	ВНИИ Гинтокс, г.Киев
9.	Диметилполорвенимифосфат (ДМВФ)	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 - дихлорпропиоанилин	Горьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний, ВНИИ хим.средств защиты растений.
15.	Дурсбан	ВНИИГинтокс, г.Киев
16.	Зоокумарин	Тбилисский институт гигиены труда и профзаболеваний.
17.	Лассо СР-52223, суффикс ВНИИГинтокс, 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	И-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 нафтиловых 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. 1-фенил, 4-5 дихлориридаzon	Уфимский институт гигиены труда и профзаболеваний	
35. 4-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. 1-хлор - 2 этилгексан	Гор.СЭС, г.Москва	
42. Цианинлык и цианистый водород	Тбилисский институт гигиени труда и профзаболеваний	
43. Цинк и кадмий	Институт гигиени труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва	

С О Д Е Р Ж А И Е

	стр.
1. Методические указания на колориметрическое определение амидопиримина 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 диметилхлорвинилфосфата в воздухе	29
10. Методические указания на газохроматографическое определение диметилхлорвинилфосфата, γ -гексахлорциклогексана и дихлордифенилтрихлорэтана в воздухе	33
II. Методические указания на газохроматографическое определение диметилтерефталата, метилацетата, метилбензоата, метилтолуилата, метилового и π -толуилового спиртов, π -толуилового альдегида, π -толуидовой кислоты, π -коилола и дитолилметана в воздухе	37
12. Методические указания на фотометрическое определение диметицианамида 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 пириморса в воздухе	94
28. Методические указания на хроматографическое определение рицида 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.....	119
36. Методические указания на фотометрическое определение м-фениленцималеимида в воздухе.....	122
37. Методические указания на газохроматографическое определение феназона и дихлорпиридазона в воздухе	126
38. Методические указания на фотометрическое определение фталана в воздухе	130
39. Методические указания на фотометрическое определение фтористого алюминия в воздухе	133
40. Методические указания на газохроматографическое определение фторотана, ингалана, диэтолового эфира и этилового спирта в воздухе	136
41. Методические указания на спектрофотометрическое определение 6-хлорбензоксазолона и хлорметил-6-хлорбензоксазолона в воздухе.....	140
42. Методические указания на фотометрическое определение I – хлор – 2 этил-гексана в воздухе.....	143
43. Методические указания на фотометрическое определение цианилата и цианистого водорода в воздухе	146
44. Методические указания на полярографическое определение никеля и кадмия в воздухе	150
45. Приложение 1. Приведение объема воздуха к стандартным условиям	153
46. Приложение 2. Таблица коэффициентов для различных температур и давления	154
47. Приложение 3. Рисунки.....	155
48. Приложение 4. Список институтов, представивших Методики	156