

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  
(Г.С.С.) А.И. ЗАЙЧЕНКО

"18" июня 1961г.

№ 2328-81

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
НА ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ  
СУММАРНОГО СОДЕРЖАНИЯ ПАРАФИНОВЫХ  
УГЛЕВОДОРОДОВ С<sub>1</sub>-С<sub>10</sub> И АРОМАТИЧЕСКИХ  
УГЛЕВОДОРОДОВ В ВОЗДУХЕ

Таблица 16

Физические свойства компонентов

Углеводороды	Структурн. формула	Молеку- лярный вес	T кип. °C	Упругость пара Г/мл	Агрегат. состоиние
Метан	CH <sub>4</sub>	16	-161,58	d <sup>150</sup> =0,4069 <sup>I</sup>	газ
Этан	CH <sub>3</sub> -CH <sub>3</sub>	30	-88,63	d <sup>100</sup> =0,5612 <sup>I</sup>	газ
Пропан	CH <sub>3</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	44	-42,06	d <sup>-40</sup> =57,94 <sup>I</sup>	газ
н-бутан	CH <sub>3</sub> - <u>(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-CH<sub>3</sub></u>	58	-0,50	0,5789 <sup>I</sup>	газ
н-пентан	CH <sub>3</sub> - <u>(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-CH<sub>3</sub></u>	72	36,073	0,6262	жидк.
н-гексан	CH <sub>3</sub> - <u>(CH<sub>2</sub>)<sub>4</sub>-CH<sub>3</sub></u>	86	68,740	0,7270	жидк.
н-гептан	CH <sub>3</sub> - <u>(CH<sub>2</sub>)<sub>5</sub>-CH<sub>3</sub></u>	100	98,423	0,6838	жидк.
н-октан	CH <sub>3</sub> - <u>(CH<sub>2</sub>)<sub>6</sub>-CH<sub>3</sub></u>	114	125,665	0,7025	жидк.
н-нонан	CH <sub>3</sub> - <u>(CH<sub>2</sub>)<sub>7</sub>-CH<sub>3</sub></u>	128	150,798	0,7176	жидк.
н-декан	CH <sub>3</sub> - <u>(CH<sub>2</sub>)<sub>8</sub>-CH<sub>3</sub></u>	142	174,123	0,67264	жидк.
бензол		80	80,100	0,8790	жидк.
толуол		92	110,626	0,8669	жидк.
м-ксилол		106	139,103	0,8642	жидк.

## I. Общая часть

1. Определение основано на использовании газожидкостной хроматографии на приборе с пламенно-ионизационным детектором.

Отбор проб без концентрирования.

2. Предел обнаружения  $\mu\text{г}$  в анализируемом объеме.

3. Предел обнаружения в воздухе  $0,5 \text{ мг}/\text{м}^3$  (расчетный).

4. Погрешность определения  $\pm 10\%$ .

5. Диапазон измеряемых концентраций  $0,5\text{--}300 \text{ мг}/\text{м}^3$ .

6. Определению не мешают примеси соединений углерода неорганического характера.

7. Предельно-допустимые концентрации в воздухе парафиновых углеводородов  $C_1\text{--}C_{10}$  (в персчете на С) -  $300 \text{ мг}/\text{м}^3$ , бензола -  $5 \text{ мг}/\text{м}^3$ , толуола -  $50 \text{ мг}/\text{м}^3$ , о, и иксилола -  $50 \text{ мг}/\text{м}^3$ .

## II. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые реактивы.

Толуол, ч.д.а., ГОСТ 5789-69.

Бензол, х.ч., ГОСТ 5955-75.

Диатомитовый кирпич ИНЗ-600, фракция  $0,14\text{--}0,25 \text{ мм}$ .

Трипропионитрилам.

Ацетон, х.ч., ГОСТ 2603-71.

Соляная кислота, х.ч., ГОСТ 1277-63.

Газообразный водород в баллонах с редукторами.

Газ углеводородный, сжиженный, топливный для коммунально-бытового потребления, ГОСТ 20448-75.

9. Применяемые посуда и приборы

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором.

Колонка из нержавеющей стали, длиной 1м, диаметром 3 мм.

Аспирационное устройство.

Шприцы газовые, ГОСТ 18954-73, емкостью 250-500 мл.

Шприцы ветеринарные, емкостью 20-100 мл.

Баллон АэРА, объемом 2 л.

Весы технические и аналитические типа ВЛА-200-2 М.

Шкаф сушильный с нагревом до  $200^\circ\text{C}$ .

Набор сит "изприбор".

Секундомер, ГОСТ 5072-67.

Генератор водорода СГС-2.

## III. Отбор проб воздуха

10. Воздух со скоростью 1-2 л/мин протягивают через газовые пипетки. Необходимо протянуть десятикратный объем воздуха. Анализы рекомендуется проводить в день отбора проб.

## IV. Описание определения

II. Диатомитовый кирпич ИНЗ-600 измельчают, отсеивают фракцию 0,14-0,25 мм, отмывают дистиллированной водой от пыли и обрабатывают концентрированной соляной кислотой в течение 3 часов. После обработки кирпич отмывают дистиллированной водой до отрицательной реакции на ионы хлора.

Образец зернистый носитель сушат при 200<sup>0</sup>С в течение 6 часов и прокаливают при 1000<sup>0</sup>С 4-5 часов.

Неподвижную фазу - трипропионитриламин, взятую в количестве 20% к весу носителя, растворяют в ацетоне. В полученный раствор вносят носитель, который выдерживают в течение 1 часа в этом растворе. Затем растворитель испаряют, нагревом колбы на воздушной бане, при постоянном перемешивании до сухого состояния вещества. Подготовленным сорбентом заполняют чистую сухую колонку. Заполнение колонки осуществляют с применением вакуума. Колонку кондиционируют в терmostате прибора при 100<sup>0</sup>С в течение 10 часов. Прибор готовят к работе согласно инструкции. Ввод пробы осуществляют через самоуплотняющуюся мембранный в течение 1-2 сек. Всю серию анализов необходимо проводить с одним и тем же шприцем и постоянным объемом пробы.

При вводе пробы через кран дозатор вытеснение ее из пипетки в калиброванный объем пипетки осуществляется насыщенным раствором CaCl<sub>2</sub>.

## Условия анализа

Длина колонки	1 м
Диаметр колонки	3 мм
Твердый носитель	Диатомитовый кирпич ИНЗ-600
Жидкая фаза	TIANA (20%)
Температура колонки	100 <sup>0</sup> С
Температура испарителя	100 <sup>0</sup> С
Газ-носитель	воздух
Скорость потока газа-носителя	20-25 мл/мин
Скорость потока водорода	30 мл/мин

Скорость потока воздуха на горение	300 мл/мин
Скорость диаграммной ленты	600 им/час
Объем вводимой пробы	3 мл
Продолжительность анализа	6 мин

Относительные удерживаемые объемы углеводородов приведены в таблице. I7.

Таблица

Относительные времена удерживания

№	Компонент	V <sub>н.отн.</sub>
1.	Метан	0,017
2.	Этан	0,023
3.	Пропан	0,032
4.	н-Бутан	0,044
5.	н-Пентан	0,061
6.	н-Гексан	0,084
7.	н-Гептан	0,116
8.	н-Октан	0,159
9.	н-Нонан	0,256
10.	н-Декан	0,326
11.	Бензол	1,000
12.	Толуол	1,512
13.	м-Ксиол	2,070
14.	п-Ксиол	2,070
15.	о-Ксиол	3,198

Количественное определение осуществляют методом абсолютной калибровки. Калибровочные смеси готовят с использованием баллона от АЭРА, объемом 2 л. Баллон вакуумируют, далее шприцем через штучер вводят точно рассчитанное количество калибровочного газа, качественный и количественный состав которого предварительно проверяют, после чего баллон АЭРА заполняют из 40 литрового баллона сжатым воздухом, находящимся под давлением до 150 атм.

Контроль давления в баллоне АЭРА осуществляют образцовым манометром на 150 кгс/см<sup>2</sup>. Расчет концентраций компонентов в мг/м<sup>3</sup> в калибровочной смеси проводят по формуле:

$$X = \frac{V_1 \cdot P \cdot 10^6}{V_2 \cdot 10^3}, \text{ где}$$

$V_1$  - объем вводимого в баллон калибровочного компонента, мл.

$\rho$  - плотность компонента, кг/м<sup>3</sup>,

$V_2$  - объем газа-разбавителя в баллоне, л.

$10^6$ , 10<sup>3</sup> - переводные коэффициенты.

Для построения калибровочного графика проводится 5-кратное хроматографирование приготовленной калибровочной смеси.

По данным анализа строят калибровочный график зависимости площади пика от его концентрации. Площади пиков определяют путем умножения высоты пика на его ширину, измеренную на половине высоты.

Концентрацию парафиновых углеводородов в мг/м<sup>3</sup> воздуха (x) вычисляют по формуле:

$$x = \frac{K \cdot S \cdot 10^3}{V_{20}}, \text{ где}$$

K - относительный коэффициент чувствительности для углеводородов, мг/мм<sup>2</sup>.

S - площадь пика, мм<sup>2</sup>

$V_{20}$  - объем воздуха в л, взятый для анализа и приведенный к стандартным условиям по формуле (см. приложение 1).

Концентрацию ароматических углеводородов, в мг/м<sup>3</sup> воздуха (x) вычисляют по формуле:

$$x = \frac{S_i \cdot K_i}{V_{20}}, \text{ где}$$

$S_i$  - концентрация i-го ароматического компонента, найденная из графика по площади  $S_i$  - данного компонента на хроматограмме, мг/м<sup>3</sup>.

$K_i$  - весовой поправочный коэффициент i-го ароматического компонента, переизанный относительно калибровочного компонента.

Поправочные коэффициенты ароматических углеводородов для пламено-ионизационного детектора (относит. пропана) приведены в таблице I8.

Таблица I8

№	Компонент	Поправочный коэффициент
1.	Бензол	0,885
2.	Толуол	0,891
3.	м-ксилол	0,903
4.	п-ксилол	0,903
5.	о-ксилол	0,903

## 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	

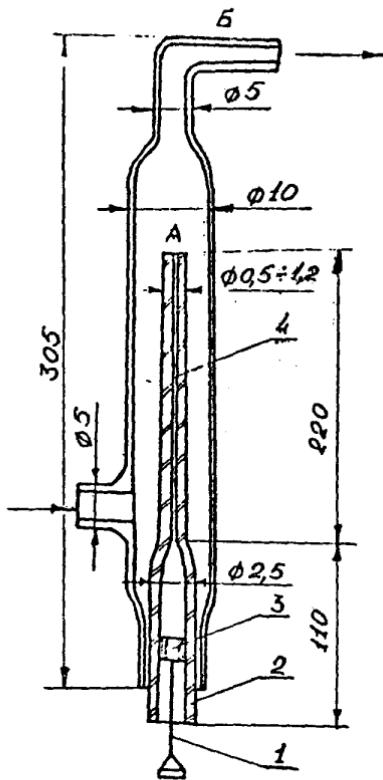


Рис.1. Установка для приготовления эталонных смесей с помощью диффузионного дозатора

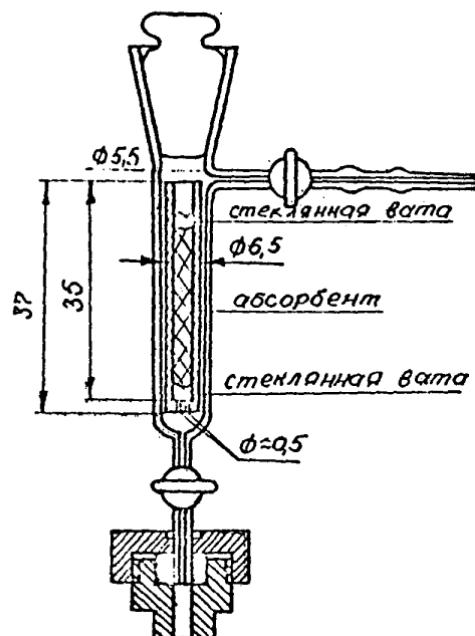


Рис.2. Устройство для ввода сконцентрированных в концентраторе проб в хроматограф.

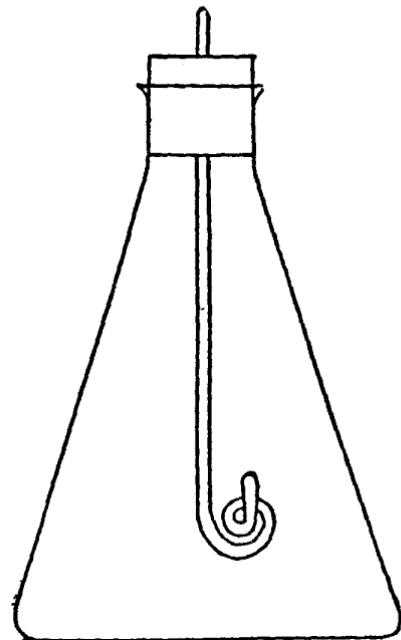


Рис.3. Колба для сушки фильтров на определение содержания серы.

## 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, $\gamma$ -гексахлорциклогексана и дихлордифенилтрихлорэтана в воздухе .....	33
I.I. 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
I2. Методические указания на фотометрическое определение диметилицианамида в воздухе .....	42
I3. Методические указания на газохроматографическое определение I-3 - дихлорпропилена в воздухе .....	45
I4. Методические указания на газохроматографическое определение 3,4 - дихлорпропиоанилида в воздухе.....	49
I5. 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