

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

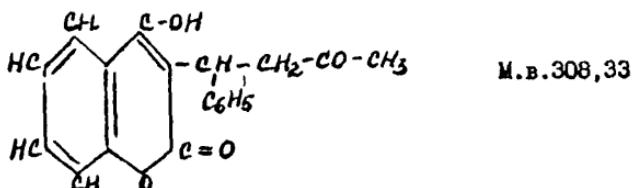
А.И.ЗАЙЧЕНКО

"18" 4.07.1981 г.

№ 2.519-81

### МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

#### НА ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗООКУМАРИНА В ВОЗДУХЕ



3 - (*d*-Ацетонимилбензил) - 4 - оксокумарин представляет собой халтовато-сероватый порошок с едва уловимым характерным запахом о т.пл. 161<sup>0</sup>С. Растворяется в ацетоне, дioxane, в 5% растворе едкого натра, трудно растворим в 95% спирте, эфире. Не растворяется в бензоле, в воде слабо.

#### I. Общая часть

1. Определение основано на хроматографировании зоокумарина в тонком слое силикагеля КСК и образования окрашенного продукта взаимодействия зоокумарина с диазотированной сульфаниловой кислотой.

2. Предел обнаружения - 10 мкг в анализируемом объеме раствора.
3. Предел обнаружения в воздухе - 0,05 мг/м<sup>3</sup> (расчетный).
4. Погрешность определения ±14%.
5. Диапазон измеряемых концентраций 0,05 - 0,4 мг/м<sup>3</sup>.
6. Определению не мешают неокумарин и дикумарин.
7. Пределенно допустимая концентрация зоокумарина в воздухе 0,1 мг/м<sup>3</sup>.

#### II. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые реактивы и растворы

Зоокумарин 92%, х.ч.

Стандартный раствор зоокумарина №1 с содержанием 1000 мкг/мл готовят растворением 100 мг зоокумарина в ацетоне в мерной колбе емкостью 100 мл.

Стандартный раствор №2 содержащий 100 мкг/мл зоокумарина готовят соответствующим разбавлением ацетоном стандартного раствора №1.

Эфир лиэтиловый, ГОСТ 6265-52.

Бензол, х.ч., ГОСТ 5955-75.

Спирт этиловый, ГОСТ 5963-67.

Ацетон перегнанный ч.д.а., ГОСТ 2603-71.

Натрий азотистокислый х.ч., ГОСТ 4197-66, 10%-ный раствор.

Натрий углекислый х.ч., ГОСТ 84-67, 10%-ный раствор.

Кали едкое, х.ч., ГОСТ 4203-65, 10%-ный раствор.

Гипс медицинский, ГОСТ 4766-49.

Кальций хлористый безводный х.ч., ГОСТ 4234-69.

Соляная кислота х.ч., ГОСТ 4118-67.

Сульфаниловая кислота, х.ч., ГОСТ 5821-69.

Подвижная фаза: смесь ацетона и бензола в соотношении 2:1 по объему

Проявляющий реагент-диазотированная сульфаниловая кислота. 25 г. сульфаниловой кислоты растворяют в 25 мл раствора едкого калия. После охлаждения добавляют 100 мл 10%-ного раствора азотисто-кислого натрия. Затем полученный раствор прибавляют по каплям к охлажденной льдом соляной кислоте (40 мл НСl уд.вес 1,19 в 20 мл воды) так, чтобы температура раствора не поднималась выше 8°C. Полученную диазотированную сульфаниловую кислоту отфильтровывают, промывают ледяной водой, этанолом, эфиром и сушат на воздухе. Для проявления хроматограммы 0,1 г диазотированной сульфаниловой кислоты растворяют в 20 мл раствора углекислого натрия.

9. Применяемые посуда и приборы.

Аспирационное устройство.

Фильтродержатели.

Фильтры беззольные (синяя лента).

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, ёмкостью 50-100 мл.

Микропипетки, ГОСТ 20292-74, ёмкостью 0,1-0,2 мл с оттянутыми оконцами.

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74, ёмкостью 25,50,100 мл.

Стаканы химические, ёмкостью 50-100 мл.

Палочки стеклянные.

Воронки химические диаметром 5-7 см.

Чашки пыларительные фарфоровые, диаметром 4-5 см.

Камера хроматографическая-сосуд цилиндрический, высотой 22 см и диаметром 14,5 см с пришлифованной крышкой.

Цульверизаторы стеклянные.

Сита металлические с диаметром 0,05 мм.

## Эксикатор.

Термометр до 100°С.

Пластинки для хроматографии. Стеклянные пластинки (размер 9x12), промытые содой, хромовой смесью и дистиллированной водой, сушат, протирают спиртом или эфиром и покрывают сорбционной массой.

Для получения сорбционной массы силикагель марки КСК предварительно очищают от примесей. Для этого его заливают на 18–20 часов соляной кислотой (1:1), затем кислоту сливают, силикагель промывают водой и кипятят в течение 2–3 часов с разбавленной азотной кислотой (1:1). Обработанный таким образом силикагель промывают проточной водой, затем дистиллированной до нейтральной реакции промывных вод, сушат в сушильном шкафу при температуре 130°С в течение 6 часов.

Очищенный силикагель измельчают в ступке и отбирают фракцию 0,05мм.

10 г просеянного силикагеля и 0,5 г. гипса хорошо растирают в фарфоровой ступке, помещают в колбу с притертой пробкой, добавляют 30 мл дистиллированной воды, встряхивают в течение 10–15 минут до образования однородной массы. Полученную массу равномерным слоем наносят на 6 пластинок, которые сушат на воздухе при комнатной температуре в течение 24 часов, а затем активируют нагреванием в сушильном шкафу в течение 3 часов при температуре 100°С.

## Ш. Отбор проб воздуха

10. Воздух со скоростью 20 л/мин протягивают через беззолный фильтр, помещенный в фильтродержатель. Для определения I/2 предельно-допустимой концентрации следует отобрать 400 литров воздуха. Срок хранения отобранных проб неограничен.

## IV. Описание определения

II. Фильтр с пробой помещают в стакан, заливают 6 мл ацетона и оставляют на 30 минут, периодически перемешивая их содержимое. По истечении этого времени, фильтр тщательно отжимают стеклянной палочкой. Раствор переносят в выпарительную чашку, ацетон упаривают на воздухе под тягой. Сухой остаток в выпарительной чашке растворяют в 1,2 мл ацетона. Проводят контрольные опыты с чистым фильтром, их обрабатывают также, как исследуемые образцы. На стартовую линию хроматографической пластинки наносят 0,1 мл ацетонового раствора пробы и 0,1, 0,2, 0,3 мл стандартного раствора зоокумарина, содержащих 0,20,30 мкг препарата. Пластинку сушат при комнатной температуре и помещают в камеру для хроматографирования, в которую за 30 минут до хроматографирования наливают подвижный растворитель (ацетон:бензин в отношении 2:1 в таком количестве, чтобы пластинка погружалась в

растворитель не более чем на 0,5 см. Сверху камеру закрывают стеклянной крышкой. После того, как растворитель поднимается на 10 см, пластиинку вынимают из камеры, отмечают линию фронта и оставляют на несколько минут на воздухе для испарения растворителя. Затем пластиинку опрыскивают проявляющим реагентом. Анализируемый препарат проявляется на пластиинке в виде желтооранжевых пятен с величиной  $R_f=0,76\pm0,1$ . Окраска пятен устойчива в течение I часа.

Количественное определение зоокумарина проводят путем сравнения интенсивности окраски пятен пробы с окраской пятен стандартного раствора.

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

$$x = \frac{y \cdot V_1}{V \cdot V_{20}}, \text{ где}$$

y - количество зоокумарина, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;

V<sub>1</sub> - объем ацетона, взятый для растворения сухого остатка, мл;

V - объем пробы, взятый для хроматографирования, мл;

V<sub>20</sub> - объем воздуха в л, взятый 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	

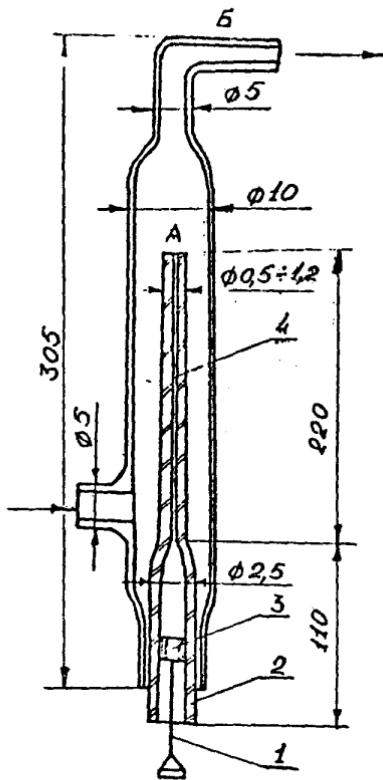


Рис.1. Установка для приготовления эталонных смесей с помощью диффузионного дозатора

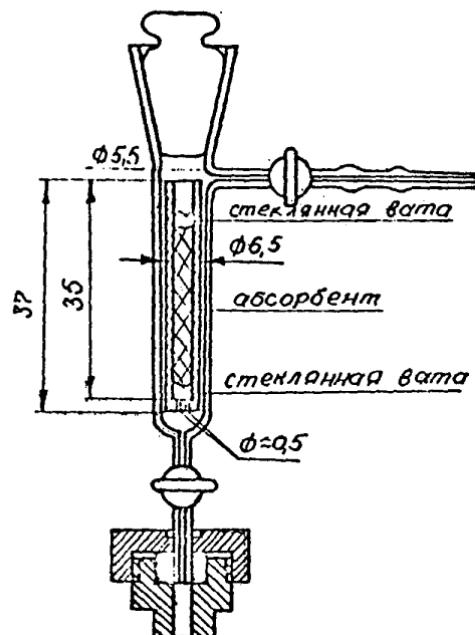


Рис.2. Устройство для ввода сконцентрированных в концентраторе проб в хроматограф.

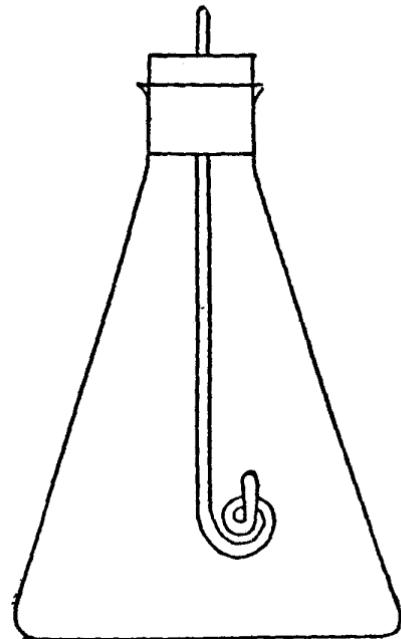


Рис.3. Колба для сушки фильтров на определение содержания серы.

## 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, $\gamma$ -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