

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.ЗАМЧЕНКО

"18" . Июня 1981 г.

№ 2314-81

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

НА ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИМЕТИЛТЕРЕФТАЛАТА,  
МЕТИЛАЦЕТАТА, МЕТИЛБЕНЗОАТА, МЕТИЛТОЛУИЛАТА, МЕТИЛОВОГО  
И П-ТОЛУИЛОВОГО СПИРТОВ, П-ТОЛУИЛОВОГО АЛЬДЕГИДА, П-ТОЛУИЛОВОЙ  
КИСЛОТЫ, П-КСИЛОЛА И ДИТОЛИЛМЕТАНА

В ВОЗДУХЕ

Т а б л и ц а 6

Физические свойства компонентов

№/п	Компоненты	Структурная формула вещества	Молекуляр- ный вес	Удель- ный вес	Температура <sup>0</sup> С	
					кип- ения	плав- ления
1.	Диметилтерефталат		194,19	-	-	140-142
2.	Метилацетат		74,08	0,924	57,0	98,1
3.	Метилбензоат		136,15	1,093	199,6	12,5
4.	Метилтолуилат		150,18	-	217,0	-
5.	Метиловый спирт		32,04	0,792	64,6	97,5
6.	П-толуиловый спирт		122,17	-	217,0	59,5
7.	П-толуиловый альдегид		120,15	1,019	204,5	-
8.	П-толуиловая кислота		136,15	-	275,0	179,6
9.	П-ксилол		106,17	0,861	138,4	13,2
10.	0-дитолилметан		182,27	0,999	286,5	182,27

## I. Общая часть

1. Определение основано на использовании газожидкостной хроматографии при работе на приборе с пламенно-ионизационным детектором. Отбор проб с концентрированием.

2. Предел обнаружения 0,05-0,5 мкг в анализируемом объеме раствора.

3. Предел обнаружения в воздухе 0,005-0,05 мг/м<sup>3</sup> (расчетный).

4. Диапазон измеряемых концентраций 0,05-300 мг/м<sup>3</sup>.

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

6. Определению не мешают другие ароматические углеводороды.

7. Предельно-допустимые концентрации в воздухе, мг/м<sup>3</sup>: диметилтерефталата-0,1, метилацетата-100, метилтолуилата-50, метилового спирта-5, пара-ксилола-50, дитолилметана-1,0.

## II. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые реактивы и растворы.

Диметилтерефталат, метилацетат, метилбензоат, метилтолуилат, метиловый и п-толуиловый спирт, п-толуиловый альдегид, п-толуиловая кислота, п-ксилол, дитолилметан, химически или хроматографически чистые.

Целит 548, фракция 0,25-0,50 мм.

Полиметилсилоксановая жидкость.

Полиэтиленгликольсукинат.

Хлороформ, х.ч., ГОСТ 3160-51.

Оргаfosфорная кислота, х.ч., ГОСТ 6552-58.

Ацетон, ГОСТ 2603-71.

Спирт этиловый, ГОСТ 5963-67.

Эфир серный, ГОСТ 6265-52.

Газообразные азот, водород и воздух в баллонах с редукторами.

9. Применяемые посуда и приборы.

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором.

И-образная колонка, длиной 1м., внутренним диаметром 3 мм.

Аспирационное устройство.

Фильтры АФА-ХА-20.

Посуда лабораторная, стеклянная и фарфоровая.

Бутылки, емкостью 10 и 20 л.

Шприцы медицинские, цельностеклянные, емк. 1-20 мл.

Шкаф сушильный.

Муфель электрический.

Баня водяная.

Компрессор медицинский или для аквариумов.

Генератор водорода, сгс-2.

Секундомер.

Линейка и лупа измерительные.

Концентрирующие трубы из нержавеющей стали, длиной 30 см, внутренним диаметром 6 мм.

### Ш. Отбор проб воздуха

10. Воздух со скоростью 0,5 л/мин протягивают через концентрирующую трубку, заполненную целиком 545 с жидкой фазой полиметилсилоxсановой жидкостью ПМС-100 в количестве 20% от веса целита. Для улавливания аэрозолей диметилтерефталата, метилтолуилата, п-толуиловой кислоты и дитолилметана перед концентратором помещают фильтр АФА-Я-20.

Для определения 1/2 предельно-допустимой концентрации следует отобрать 10 л воздуха.

### ІУ. Описание определения

ІІ. Для приготовления насадки колонки твердый носитель-целит-545- помещают в круглодонную колбу и заливают раствором орто-фосфорной кислоты в ацетоне в количестве 2% по отношению к весу целита. Колбу подсоединяют к водоструйному насосу и растворитель удаляют при постоянном перемешивании в вакууме на водяной бане. Затем растворяют в хлороформе 10% от массы носителя полизтиленгликоль-суцината и раствор выливают в колбу с целитом, модифицированном орто-фосфорной кислотой. Хлороформ удаляют выпариванием на водяной бане под вакуумом. Хроматографическую колонку заполняют подготовленной насадкой при постукивании или с помощью вибратора и кондидионируют при температуре 135<sup>0</sup> в токе азота в течение 5-6 часов.

Для заполнения концентрирующей трубы полиметилсилоxсановую жидкость растворяют в серном эфире и наносят на целит - 545 в количестве 20% от веса носителя.

Заполненные насадкой концентрирующие трубы подсоединяют к хроматографу и продувают азотом в течение 5 часов при температуре 250-260<sup>0</sup>С, после чего они готовы для отбора проб воздуха.

Общую подготовку прибора проводят согласно инструкции.

Фильтры помещают в стакан, емкостью 50 мл., приливают 5-10 мл этилового спирта и оставляют на 20 мин., прикрыв стакан часовым

стеклом. Раствор сливают в колбу ротационного испарителя, отжимая фильтр стеклянной палочкой. Эту операцию повторяют 2-3 раза. Испаряют растворитель под вакуумом досуха. Сухой остаток растворяют в 1 мл н-гексана. Через самоуплотняющуюся мембрану испарителя вводят в хроматограф микрощипцем 5 мкл. полученного раствора.

### Условия анализа

Длина колонки	1 м
Диаметр колонки	3 мм
Твердый носитель	Целлит-545, модифицированный орто-фосфорной кислотой
Жидкая фаза	Полиэтиленгликоль-сукцинат (10%).
Температура колонки	55-135°C
Программирование	20°/мин
Температура испарителя	250°C
Газ-носитель	азст
Скорость потока газа-носителя	60 мл/мин
Скорость потока водорода	60 мл/мин
Скорость потока воздуха	500 мл/мин
Скорость диаграммной ленты	360 мм/час
Объем вводимой пробы	5 мкл

Время удерживания компонентов (относительные): метилацетата - 0,33; метанола - 0,35; н-ксилола - 0,41; метилбензоата - 0,43; н-толуилового спирта - 2,1; дитолилметана - 38,5; диметилтерфталата - 66,5; н-толуиловой кислоты - 149,0.

Количественный расчет компонентов проводят по методу абсолютной калибровки. Стандартные растворы анализируемых веществ известной концентрации (1-20 мкг/мл) вводят в концентрирующую трубку, которую помещают в дозирующее устройство с закрытыми кранами.

Концентратор выдерживает в дозирующем устройстве при температуре 250°C в течение 10 мин.

По истечении этого времени испарившиеся компоненты вводят в хроматографическую колонку переключением шестиходового крана на приборе и двухходовых кранов в дозирующем устройстве. Одновременно от I до 10 мкл стандартных растворов вводят в испаритель хроматографа. Измеряют площади пиков путем умножения высоты пика на его ширину, измеренную на половине высоты и на основании полученных данных строят графическую зависимость количества анализируемых

веществ от площади пиков.

Концентрации диметилтерефталата, метилтолуилата п-толуиловой кислоты и дитолилиметана в  $\text{мг}/\text{м}^3$  воздуха (x) вычисляют по формуле:

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

K - относительный коэффициент чувствительности для каждого вещества,  $\text{мг}/\text{м}^2$ ;

$S$  - площадь соответствующего пика,  $\text{мм}^2$ ;

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

$10^3$  - коэффициент пересчета.

Концентрации метилацетата, метанола, п-ксилола, метилбензоата, -толуилового альдегида, п-толуилового эфира, п-толуилового спирта воздухе (x) в  $\text{мг}/\text{м}^3$ , когда в процессе концентрирования достигается равновесие между воздухом и жидкой фазой, рассчитывают по формуле:

$$x = \frac{K \cdot S \cdot 10^6}{V_x \cdot K^{20} + V_{\text{г.ф.}}}, \text{ где}$$

$V_x$  и  $V_{\text{г.ф.}}$  - объем жидкости и газовой фазы в концентраторе, мл.,

$K^{20}$  - коэффициент распределения данного вещества при  $20^{\circ}\text{C}$  на ПФМС-4.

$V_x \cdot K^{20} + V_{\text{г.ф.}}$ ) - соответствует минимальному объему воздуха в мл, который необходимо пропустить через концентратор, чтобы установить равновесие.

$10^6$  - коэффициент пересчета.

Коэффициент распределения вещества рассчитывает по формуле:

$$K^{20} = V_g \cdot \alpha, \text{ где}$$

$V_g$  - удерживаемый объем жидкой фазы;

$\alpha$  - плотность жидкой фазы.

## 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	

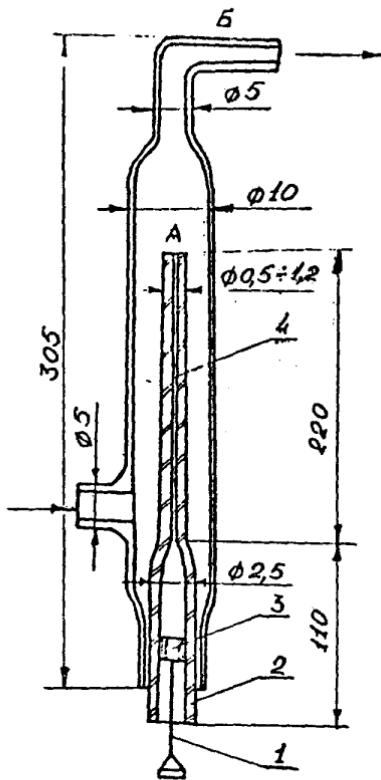


Рис.1. Установка для приготовления эталонных смесей с помощью диффузионного дозатора

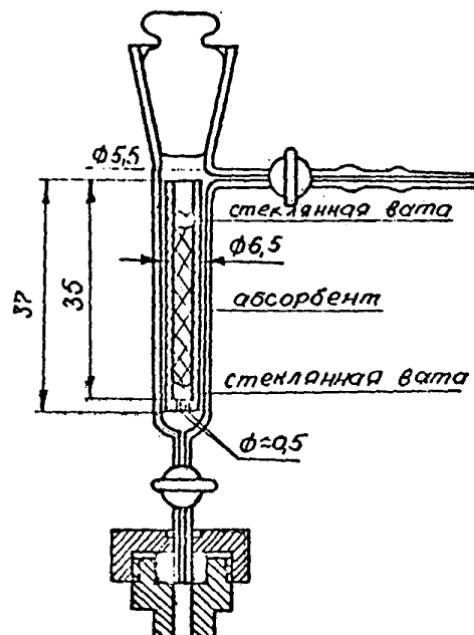


Рис.2. Устройство для ввода сконцентрированных в концентраторе проб в хроматограф.

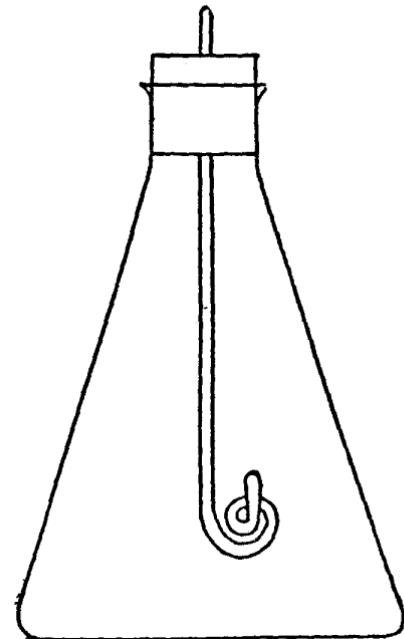


Рис.3. Колба для сушки фильтров на определение содержания серы.

## 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	I-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, $\gamma$ -гексахлорциклогексана и дихлордифенилтрихлорэтана в воздухе .....	33
II. Методические указания на газохроматографическое определение диметилтерефталата, метилацетата, метилбензоата, метилтолуилата, метилового и $\pi$ -толуилового спиртов, $\pi$ -толуилового альдегида, $\pi$ -толуидовой кислоты, $\pi$ -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