

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

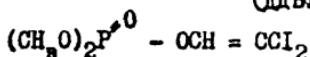
Заместитель Главного
государственного
санитарного врача СССР

А.И. ЗАЙЧЕНКО

"18" марта 1981 г.

№ 2312-81

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
НА ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ
0,0-ДИМЕТИЛ-2,2-ДИХЛОР-ВИНИЛФОСФАТА
(ДДВФ) В ВОЗДУХЕ



М.в. 221,0

Действующее начало препарата 0,0-диметил-0-(2,2-дихлорвинил)-фосфат.

В чистом виде - прозрачная жидкость с Т.кип. 35⁰С при 0,05мм рт.ст. Давление паров при 20⁰С составляет 1,2·10⁻² мм.рт.ст., при 30⁰-3,0·10⁻² мм.рт.ст.; при 40⁰С - 7,0·10⁻² мм.рт.ст. Летучесть при 20⁰С 145 мг/м³, при 30⁰С - 350 мг/м³, при 40⁰С-600 мг/м³. Хорошо растворим в большинстве органических растворителей. Растворимость в воде 10 г/л.

I. Общая часть

1. Определение основано на использовании газожидкостной хроматографии при работе на приборе, снабженном термоионным детектором. Отбор проб воздуха проводится с концентрированием ДДВФ в воде.

2. Предел обнаружения 6·10⁻⁵ мкг (0,06 мг) в 3 мкл хроматографируемого объема.

3. Предел обнаружения в воздухе 0,1 мг/м³ (расчетный).

4. Погрешность определения ±5%.

5. Диапазон измеряемых концентраций 0,1-4,0 мг/м³.

6. Определению не мешает триметилбензит и хлораль.

7. Предельно-допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны 0,2 мг/м³.

II. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые реагенты.

Стандартные растворы ДЛВФ (%, ч.) в этилацетате с содержанием 0,02; 0,07; 0,1; 0,5; 0,7 мкг/мл.

Этилацетат, х.ч., МРТУ 6-09-65-15-70, свежеперегнанный, насыщенный водой и безводный.

Натрий сернокислый, ч.д.а., безводный, ГОСТ 4166-76

Натрий хлористый, х.ч., ГОСТ 4233-76

Хромосорб *W*, промытый кислотой и силанизированный диметилхлорсиланом (100-120 меш.) или аналогичный носитель.

Метилсиликон GE-30.

Азот особой чистоты в баллоне с редуктором.

Водород в баллоне с редуктором или получаемый из генератора водорода.

Воздух в баллоне с редуктором или нагнетаемый компрессором.

9. Применяемые посуда и приборы.

Хроматограф марки Цвет-5 или аналогичный прибор с термоионным детектором.

Хроматографическая стеклянная колонка длиной 200 см и внутренним диаметром 3,5 мм.

Аспирационное устройство.

Поглотители с пористыми пластинками

Ротационный вакуумный испаритель.

Генератор водорода СГС-2.

Компрессор (медицинский или для аквариума).

Мерные колбы, ГОСТ 1770-74, емкостью 50 и 100 мл.

Пробирки со штифами, емкостью 10 мл.

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

Делительные воронки на 150 мл.

Секундомер.

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

Пористый фильтр (пор.160).

Линейка и луда измерительные.

Ш. Отбор проб воздуха

10. Воздух со скоростью 0,5 л/мин протягивают через две поглотительные склянки, содержащие по 10 мл дистиллированной воды. Растворы ДЛВФ в воде стабильны в течение не более 2-х час.

Для определения 1/2 предельно допустимой концентрации следует отоорать 10мл воздуха.

IV. Описание определения

Для приготовления насадки колонки жидкую фазу 8Е-30 в количестве 20% от веса хромосорба γ помещают в круглодонную колбу и растворяют в хлороформе. Объем хлороформа должен в 2 раза превышать насыщенный объем сорбента и должен занимать не более 1/3 объема круглодонной колбы. В полученный раствор при непрерывном помешивании равномерно засыпают хромосорб. Круглодонную колбу с содержимым подсоединяют к ротационному вакуумному испарителю и отгоняют растворитель полностью. Сорбент с нанесенной фазой выссыпают в фарфоровую чашку и нагревают в сушильном шкафу при 30°C в течение 1 часа.

Хроматографическую колонку заполняют подготовленной насадкой с подсоединением слабого вакуума. Колонку кондиционируют при скорости азота 50 мл/мин. в режиме программирования температуры от 50 до 300°C со скоростью нагрева $2^{\circ}\text{C}/\text{мин.}$, а затем в изотермическом режиме при 300°C в течение 6–8 час без подсоединения колонки к детектору. Общую подготовку прибора проводят согласно инструкции.

Воду последовательно, сначала из 1-ой, а затем из 2-ой поглотительной склянки переносят в делительную воронку емкостью 100–150 мл. Поглотители обмывают небольшими порциями воды (10мл \times 2) и промывные воды добавляют в делительную воронку. Туда же добавляют 10–15г NaCl и 25мл насыщенного водой этилацетата. Делительную воронку закрывают пробкой и энергично встряхивают в течение 20–30 сек. После разделения слоев нижнюю водную фазу переносят в другую делительную воронку и экстрагируют ДБФ еще дважды этилацетатом порциями по 10 мл. Объединенный экстракт фильтруют через пористый фильтр со слоем безводного Na_2SO_4 в мерную колбу емкостью 50 мл. Промывают фильтр безводным этилацетатом (3мл \times 2) и доводят до метки этилацетатом. В хроматограф вводят микроциркулем 3 мкл полученного раствора через самоуплотняющуюся мембрану в испаритель.

Условия анализа

Длина колонки	200 см
Диаметр колонки	0,35 см

Твердая фаза - хромосорб^W, промытый кислотой,
силанлизированный (100-120 меш.)

Жидкая фаза	9E-30(20%)
Температура колонки	180°C
Температура испарителя	190°C
Газ-носитель	азот особой чистоты
Скорость азота	10 мл/мин
Скорость водорода	18-20 мл/мин
Скорость воздуха	180-200 мл/мин
Рабочая шкала электрометра	1·10 ⁻¹⁰ А
Скорость диаграммной ленты	0,67 см/мин
Объем вводимой пробы	3 мкл
Время удерживания ДДВФ	4 мин.54 сек.

Тригетилфосфит выходит одновременно с пиком растворителя

Количественное определение проводят методом соотношения
со стандартами по высоте пиков.

Концентрацию ДДВФ в мг/л³ воздуха (x) вычисляют по формуле:

$$x = \frac{H_{\text{пр}} \cdot \mathcal{G}_{\text{ст}} \cdot V_1}{H_{\text{ст}} \cdot V \cdot V_{20}}, \text{ где}$$

$H_{\text{пр}}$ - высота пика рабочей пробы, мм;

$H_{\text{ст}}$ - высота пика введенного стандарта, мм;

$\mathcal{G}_{\text{ст}}$ - содержание ДДВФ в стандарте, введенном в хроматограф, мкг;

V_1 - общий объем раствора, мл;

V - объем раствора, взятый для анализа, мл;

V_{20} - 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	

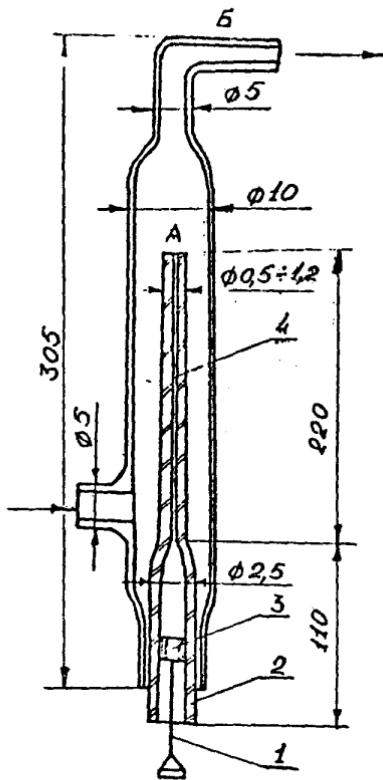


Рис.1. Установка для приготовления эталонных смесей с помощью диффузионного дозатора

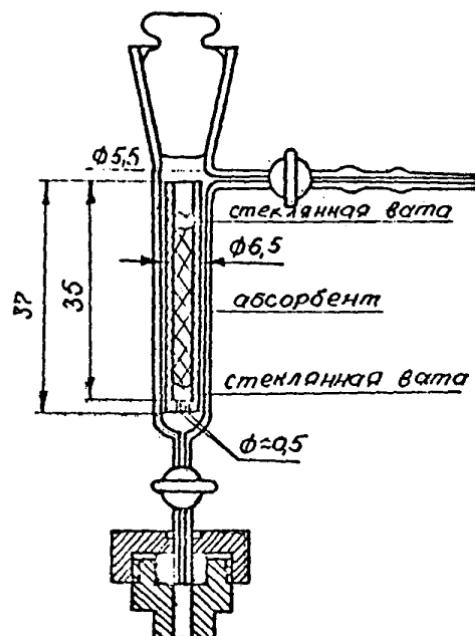


Рис.2. Устройство для ввода сконцентрированных в концентраторе проб в хроматограф.

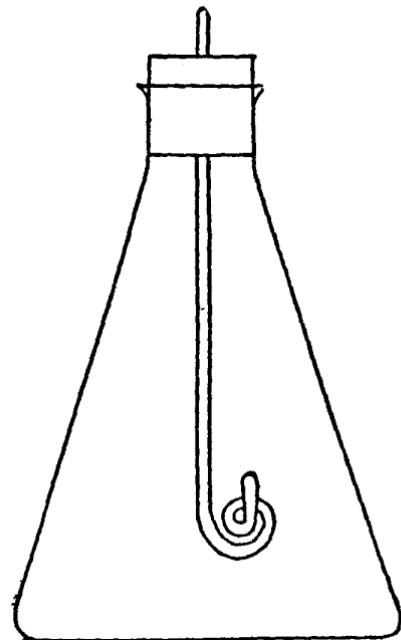


Рис.3. Колба для сушки фильтров на определение содержания серы.

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-фенилендиаминид	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
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 - дихлорпропионилида 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