

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

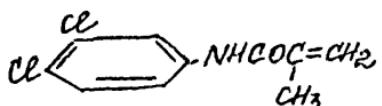
УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного
государственного
санитарного врача СССР

А.И.ЗАИЧЕНКО
"18" *октября* 1981 г.

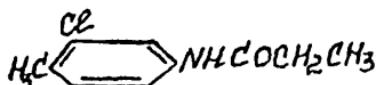
Б2311-81

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
НА ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ
ДИКРИЛА И МЕНИДА В ВОЗДУХЕ



М.в. 230.

Действующим началом дикрила является 3-4-дихлорметакриланилд -
более кристаллическое вещество с т.пл. 127-128°C. Хорошо растворим
в органических растворителях.



М.в. 198,57

Действующим началом менида является 3-хлор-4-метилпропионанилд -
кристаллическое вещество кремового цвета с т.пл. 34-36°C.
Растворим в органических растворителях.

I. Общая часть

1. Метод основан на хроматографировании дикрила и менида в тон-
ком слое окиси алюминия. Обнаружение зон локализации препаратов
производится по реакции азосочетания I-нафтола с аминами, образую-
щимся после термического разрушения анализируемых соединений.

2. Предел обнаружения 5 мкг в анализируемом объеме раствора.

3. Предел обнаружения в воздухе 0,05 мг/м³ (расчетный).

4. Погрешность определения $\pm 22\%$.

5. Диапазон измеряемых концентраций - 0,05-10 мг/м³.

6. Определению не мешают наполнители технических продуктов.

Определению мешают пестициды-производные фениламидов- с близкими
значениями величин R_f .

для дикрила - 0,1 мг/м³, для менида - 1,0 мг/м³.

II. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые реагенты и растворы.

Дикрил, х.ч.

Менид, х.ч.

Стандартный раствор № 1, содержащий 200 мкг/мл анализируемого соединения, готовят растворением 10 мг действующего начала дикрила или менида в ацетоне в мерной колбе на 50 мл. Срок хранения раствора в холодильнике 30 дней.

Стандартные растворы №№ 2,3,4,5, содержащие 10,20,30,40 мкг/мл дикрила или менида, готовят в мерных пробирках на 5 мл путем разбавления ацетоном стандартного раствора № 1. Срок хранения растворов 1 день.

Н-гексан, х.ч., ТУ 6-09-3375-73.

Натрий азотистокислый, х.ч., ГОСТ 4197-66.

Кислота соляная, ч., ГОСТ 3118-67, уд.вес - 1,19.

Кали едкое, х.ч., ГОСТ 4203-65.

1-нафтол, чда, ГОСТ 5838-70.

Проявляющий реагент № 1. Растворяют 1г нитрита натрия в 46 мл воды и прибавляют 4 мл соляной кислоты.

Проявляющий реагент № 2. К раствору 2,8 г едкого кали в 50 мл воды добавляют 0,1 г 1-нафтола.

Проявляющие реагенты применяют свежеприготовленные.

Четыреххлористый углерод х.ч., ГОСТ 5827-71.

Эфир диэтиловый, ГОСТ 6265-52.

Окись алюминия для хроматографии, МРТУ 6-09-5296-68, просеянная через сито 100 меш.

9. Применяемые приборы и посуда.

Аспирационное устройство.

Фильтродержатели.

Фильтры АФА-ХА-20.

Сито на 100 меш.

Посуда лабораторная, стеклянная, мерная, ГОСТ 1770-74.

Пластинки для хроматографии. Стеклянную пластинку (размер 13x18 см) промытую содой, хромовой смесью и дистиллированной водой сушат, протирают спиртом или эфиром и покрывают сорбционной массой. Для получения сорбционной массы 50 г окиси алюминия, бг

сернокислого кальция смешивают в фарфоровой ступке, прибавляют 75 мл дистиллированной воды, перемешивают до образования однородной суспензии. 10г сорбционной массы наносят на пластиинку и сушат при комнатной температуре в течение 12-16 часов.

Камера для хроматографирования.

Пульверизаторы стеклянные.

Ротационный испаритель ИР-1.

III. Отбор проб воздуха

10. Воздух со скоростью 5 л/мин протягивают через фильтр, помещенный в фильтродержатель.

Для определения 1/2 предельно-допустимой концентрации дикрила следует отобрать 100 литров воздуха, для менида - 10 литров воздуха.

Срок хранения проб в холодильнике 20-30 дней.

IV. Описание определения

II. Фильтр помещают в стакан емкостью 50 мл, приливают 5-10 мл хлороформа и оставляют на 10 минут. Раствор сливают в колбу ротационного испарителя, тщательно отжимая фильтр стеклянной палочкой. Эту операцию повторяют 2-3 раза. Испаряют растворитель под вакуумом. Остаток растворяют в 0,5-1,0 мл ацетона.

На стартовую линию хроматографической пластиинки наносят ацетоно-ый раствор пробы и по 0,5 мл стандартных растворов № 2,3,4,5 дикрила или менида, содержащих 5,10,15,20 мкг препарата. Пластиинку помещают в камеру для хроматографирования, в которую за 30 минут до хроматографирования наливают подвижный растворитель (смесь равных объемов четыреххлористого углерода и этилового эфира) в таком количестве, чтобы пластиинка погружалась не более чем на 0,5 см. После того, как растворитель поднимется на 10 см, пластиинку вынимают из камеры, отмечают линию фронта и оставляют на несколько минут на воздухе для испарения растворителя. Затем пластиинку помещают в сушильный шкаф и нагревают при температуре 160-170°C в течение 1 часа. После охлаждения опрыскивают пластиинку последовательно проявляющими реактивами № 1 и № 2. Расход реагтива № 2 вдвое больше, чем реагтива № 1.

Анализируемые препараты проявляются на пластиинке в виде красных пятен, величины R_f , которых равны: дикрила $0,45 \pm 0,04$, менида $0,48 \pm 0,05$.

Количественное определение производят путем сравнения площадей пятен стандартных растворов и проб. Площади пятен измеряют с помощью

промасленной миллиметровой бумаги и по данным для стандартных растворов строят калибровочный график. По калибровочному графику находят содержание анализируемого соединения в пробе.

Концентрацию дикрила или менида в $\text{мг}/\text{м}^3$ воздуха (x) вычисляют по формуле:

$$x = \frac{y}{V_{20}}, \text{ где}$$

y - содержание дикрила или менида в анализируемом объеме пробы, $\text{мкг};$
 V_{20} - объем пробы воздуха, 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	

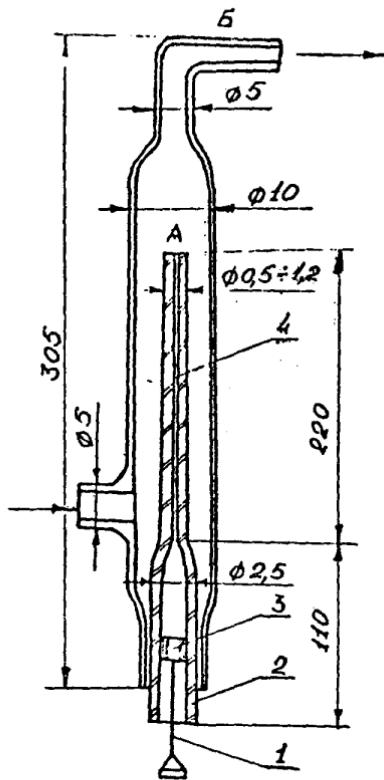


Рис.1. Установка для приготовления эталонных смесей с помощью диффузионного дозатора

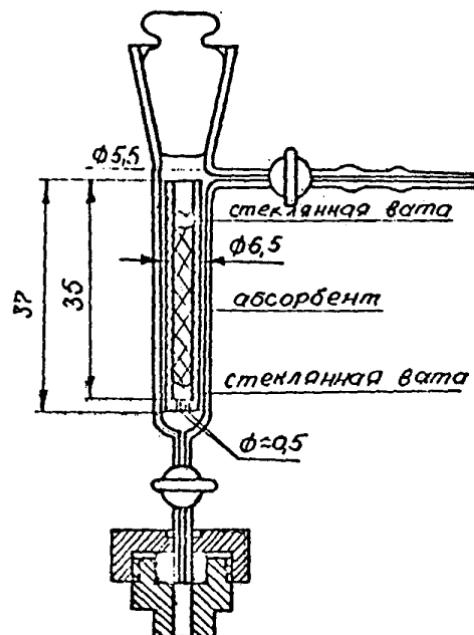


Рис.2. Устройство для ввода сконцентрированных в концентраторе проб в хроматограф.

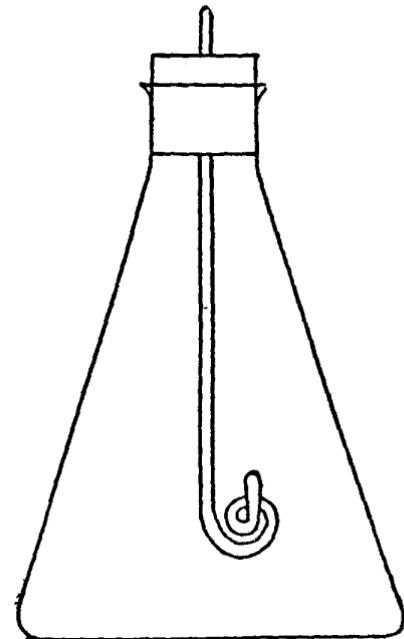


Рис.3. Колба для сушки фильтров на определение содержания серы.

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	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, 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, диэтлового 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