

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

Министерство здравоохранения СССР
Москва, 1979 г.

Сборник методических указаний составлен
методической секцией по промышленно -
санитарной гигиене при проблемной комиссии
"Научные основы гигиены труда и профес -
сиональной патологии"

Выпуск XIV

Настоящие методические указания распро -
страняются на определение содержания
вредных веществ в воздухе промышленных
помещений при санитарном контроле.

Редакционная коллегия: Виноградова В.А., Бабина М.Д.,
Соловьева Т.В., Овечкин В.Г.

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР

А.И. ЗАМЧЕНКО

№ 1584-77 .

31 января 1977 г.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

НА ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕСТОСТЕРОНА
И МЕТИЛТЕСТОСТЕРОНА В ВОЗДУХЕ

I. Общая часть

1. Определение основано на использовании газожи-
дкост-
ной хроматографии на приборе с пламенно-ионизационным детек-
тором.

2. Чувствительность определения - 0,08 мкг.

3. Определению не мешают толуол, метиловый спирт, изо-
пропиловый спирт. Определению могут мешать стероиды, имеющие
время удерживания, близкое к определяемым веществам.

4. Предельно допустимая концентрация тестостерона и
метилтестостерона в воздухе - 0,005 мг/м³.

II. Реактивы и аппаратура-

5. Применяемые реактивы и растворы.

Тестостерон и метилтестостерон химически чистые или хро-
матографически чистые для приготовления стандартных смесей.

Газообразный гелий, водород и воздух в баллонах с редук-
тором.

Твердый носитель - хроматон N-AW-DMC S' (фракция 0,16
-0,20 мм).

Жидкая фаза - неопентилгликоль адипат.

Спирт этиловый, ГОСТ 5962-67, обезвоженный (абсолют - ный).

Хлороформ, ГОСТ 3160-51, обезвоженный.

6. Применяемые посуда и приборы.

Хроматограф с пламенно- ионизационным детектором и спиральной стеклянной колонкой.

Аспирационное устройство.

Патрон для фильтров.,

Фильтры АФА-В-10.

Мерные колбы, ГОСТ 1770-74, емкость 25, 100 мл.

Пипетки, ГОСТ 20292-74, емкость 1, 2, 5, 10 мл с делениями от 0,01 до 0,1 мл.

Стаканы высокие с носиком, ГОСТ 10394-64, емкость 50 мл.

Колбы остродонные, емкость 10 мл.

Баня водяная.

Микрошприц, емкость 10 мкл.

III. Отбор пробы воздуха

7. Воздух протягивают со скоростью 15 л/мин через фильтр АФА-В-10, помещенный в патрон.

Для анализа следует отобрать не менее 400 л воздуха.

IV. Описание определения

8. Хроматон N-ANV-DMS сушат при 300°C в сушильном шкафу 2-3 часа. 20 г подготовленного сорбента заливают раствором неопентилгликоль адипата в хлороформе (0,8 % от

веса твердого носителя). После полного выпаривания хлороформа на водяной бане сорбент высушивают и заполняют хроматографическую колонку.

Прибор для анализа готовят согласно инструкции. Пробу вводят через самоуплотняющуюся мембрану.

Фильтр с отобранной пробой переносят в стакан и промывают абсолютным этиловым спиртом 2 раза по 3 мл. При помощи стеклянной палочки тщательно отжимают фильтр, под вакуумом упаривают раствор досуха в остродонной колбе, емкостью 10 мл при температуре 60°. Микрошприцом прибавляют 0,1 мл этилового спирта. Полученный раствор хроматографируют.

Условия анализа

Размер колонки 1м x 3мм

Насадка - 0,8% неопентилтрикопальтата

Температура термостата колонки 215°C

Газ-носитель - гелий

Скорость потока водорода - 30 мл/мин

Скорость потока воздуха - 300 мл/мин

Скорость потока газа-носителя - 67 мл/мин

Скорость движения бумажной ленты - 200 мм/час

Объем вводимой пробы - 4 мкл

Время удерживания (мин): тестостерона - 7,5; метилтестостерона - 10,0.

Для калибровки прибора методом абсолютной калибровки готовят серию стандартных растворов с известной концентрацией определяемого вещества. Для этого 0,1 г вещества растворяют в 100 мл этилового спирта в мерной колбе. Из по -

лученного раствора готовят серию растворов с содержанием 10, 25, 50, 100 мкг/мл путем разбавления 1; 2,5; 5; 10 мл стандартного р-ра этилового спиртом до объема 100 мл в мерной колбе. Полученные растворы хроматографируют по 4 мкл. Площади пиков определяют путем умножения высоты пика на его ширину, измеренную на половине высоты.

Строят графическую зависимость между вычисленными площадями пиков и количеством отдельных компонентов в пробах стандартной смеси.

Абсолютное количество компонентов в воздухе находят по калибровочным кривым: рассчитывают площади пиков пробы и по площади находят количество тестостерона или метилтестостерона в воздухе.

Концентрации тестостерона и метилтестостерона в воздухе в мкг/м³ (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{g \cdot V_1}{V_{20}}$$

где g — количество вещества, найденное по калибровочному графику, мкг/мл;

V_1 — общий объем пробы, мл;

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

л.

Приложение I

Приведение объема воздуха к стандартным условиям (20°C, 760 мм.рт.ст.) производят по следующей формуле:

$$V_{20} = \frac{V_t \cdot (273 + 20) \cdot P}{(273 + t) \cdot 760}$$

где: V_t - объем воздуха, отобранный для анализа, л;

P - барометрическое давление, мм.рт.ст.);

t - температура воздуха в месте отбора пробы, °C.

Можно также пользоваться таблицей коэффициентов (см. приложение 2). Для приведения объема воздуха к стандартным условиям надо умножить V_t на соответствующий коэффициент.

Приложение 2

Коэффициенты для приведения объема воздуха
к стандартным условиям: температура $+20^{\circ}\text{C}$
и атмосферное давление 760 мм рт.ст.,

$^{\circ}\text{C}$	Атмосферное давление мм.рт.ст.						
	730	732	734	736	738	740	742
I	2	3	4	5	6	7	8
-30	I.I582	I.I614	I.I646	I.I677	I.I709	I.I741	I.I772
-28	I.I487	I.I519	I.I550	I.I581	I.I613	I.I644	I.I675
-26	I.I393	I.I425	I.I456	I.I487	I.I519	I.I550	I.I581
-24	I.I302	I.I334	I.I364	I.I391	I.I427	I.I454	I.I488
-22	I.I212	I.I243	I.I274	I.I304	I.I336	I.I366	I.I396
-20	I.I123	I.I155	I.I185	I.I215	I.I246	I.I276	I.I306
-18	I.I036	I.I067	I.I097	I.I127	I.I158	I.I188	I.I218
-16	I.0953	I.0981	I.I011	I.I041	I.I071	I.I101	I.I131
-14	I.0866	I.0897	I.0926	I.0955	I.0986	I.I015	I.I045
-12	I.0782	I.0813	I.0842	I.0871	I.0901	I.0931	I.0959
-10	I.0701	I.0731	I.0760	I.0789	I.0819	I.0848	I.0877
- 8	I.0620	I.0650	I.0679	I.0708	I.0737	I.0766	I.0795
- 6	I.0540	I.0570	I.0599	I.0627	I.0657	I.0685	I.0714
- 4	I.0462	I.0491	I.0519	I.0548	I.0577	I.0605	I.0634
- 2	I.0385	I.0414	I.0442	I.0470	I.0499	I.0528	I.0556
0	I.0309	I.0338	I.0366	I.0394	I.0423	I.0451	I.0477
+ 2	I.0234	I.0263	I.0291	I.0318	I.0347	I.0375	I.0402
+ 4	I.0160	I.0189	I.0216	I.0244	I.0272	I.0299	I.0327
+ 6	I.0087	I.0115	I.0143	I.0170	I.0198	I.0226	I.0253
+ 8	I.0015	I.0043	I.0070	I.0097	I.0125	I.0153	I.0179
+10	0.9944	0.9972	0.9999	I.0026	I.0054	I.0081	I.0108
+12	0.9875	0.9903	0.9929	0.9956	0.9984	I.0011	I.0037

продолж. приложения 2

1	2	3	4	5	6	7	8
+14	0.9806	0.9833	0.9860	0.9886	0.9914	0.9940	0.9967
+16	0.9737	0.9765	0.9791	0.9818	0.9845	0.9871	0.9898
+18	0.9671	0.9698	0.9725	0.9751	0.9778	0.9804	0.9830
+20	0.9605	0.9632	0.9658	0.9684	0.9711	0.9737	0.9763
+22	0.9539	0.9566	0.9592	0.9618	0.9645	0.9671	0.9696
+24	0.9475	0.9502	0.9527	0.9553	0.9579	0.9605	0.9631
+26	0.9412	0.9438	0.9464	0.9489	0.9516	0.9541	0.9566
+28	0.9349	0.9376	0.9401	0.9426	0.9453	0.9478	0.9503
+30	0.9288	0.9314	0.9339	0.9364	0.9391	0.9415	0.9440
+32	0.9227	0.9252	0.9277	0.9302	0.9328	0.9353	0.9378
+34	0.9167	0.9193	0.9218	0.9242	0.9268	0.9293	0.9318
+36	0.9107	0.9133	0.9158	0.9182	0.9208	0.9233	0.9257
+38	0.9049	0.9074	0.9099	0.9123	0.9149	0.9173	0.9198
+40	0.8991	0.9017	0.9041	0.9065	0.9090	0.9115	0.9139

°C	атмосферное давление						изм. рт. ст.
	744	746	748	750	752	754	756
I	2	3	4	5	6	7	8
-30	I.1803	I.1836	I.1867	I.1899	I.1932	I.1963	I.1994
-28	I.1707	I.1739	I.1770	I.1801	I.1834	I.1865	I.1896
-26	I.1612	I.1644	I.1674	I.1705	I.1737	I.1768	I.1799
-24	I.1519	I.1550	I.1581	I.1612	I.1644	I.1674	I.1705
-22	I.1427	I.1458	I.1488	I.1519	I.1550	I.1581	I.1611
-20	I.1337	I.1368	I.1398	I.1428	I.1459	I.1489	I.1519
-18	I.1247	I.1278	I.1308	I.1338	I.1369	I.1399	I.1429
-16	I.1160	I.1191	I.1221	I.1250	I.1282	I.1311	I.1341
-14	I.1074	I.1105	I.1134	I.1164	I.1194	I.1224	I.1253
-12	I.0989	I.1019	I.1049	I.1078	I.1108	I.1137	I.1166
-10	I.0906	I.0936	I.0965	I.0994	I.1024	I.1053	I.1082
- 8	I.0824	I.0853	I.0882	I.0911	I.0941	I.0969	I.0998
- 6	I.0742	I.0772	I.0801	I.0829	I.0858	I.0887	I.0916
- 4	I.0662	I.0691	I.0719	I.0748	I.0777	I.0806	I.0834
- 2	I.0584	I.0613	I.0641	I.0669	I.0698	I.0726	I.0755
.. 0	I.0506	I.0535	I.0563	I.0591	I.0621	I.0648	I.0676
+ 2	I.0430	I.0459	I.0487	I.0514	I.0543	I.0571	I.0598
+ 4	I.0355	I.0383	I.0411	I.0438	I.0467	I.0494	I.0522
+ 6	I.0280	I.0309	I.0336	I.0363	I.0392	I.0419	I.0446
+ 8	I.0207	I.0235	I.0262	I.0289	I.0317	I.0345	I.0372
+10	I.0134	I.0162	I.0189	I.0216	I.0244	I.0272	I.0298
+12	I.0064	I.0092	I.0118	I.0145	I.0173	I.0199	I.0226
+14	0.9993	I.0021	I.0048	I.0074	I.0102	I.0128	I.0155
+16	0.9924	0.9951	0.9978	I.0004	I.0032	I.0058	I.0084
+18	0.9856	0.9884	0.9909	0.9936	0.9963	0.9989	I.0010

I	2	3	4	5	6	7	8
+20	0.9789	0.9816	0.9842	0.9868	0.9895	0.9921	0.9947
+22	0.9723	0.9749	0.9775	0.9800	0.9827	0.9853	0.9879
+24	0.9657	0.9683	0.9709	0.9735	0.9762	0.9787	0.9813
+26	0.9592	0.9618	0.9644	0.9669	0.9696	0.9721	0.9747
+28	0.9528	0.9555	0.9580	0.9605	0.9632	0.9657	0.9682
+30	0.9466	0.9492	0.9517	0.9542	0.9568	0.9594	0.9618
+32	0.9403	0.9429	0.9454	0.9479	0.9505	0.9530	0.9555
+34	0.9342	0.9368	0.9393	0.9418	0.9444	0.9468	0.9493
+36	0.9282	0.9308	0.9332	0.9357	0.9382	0.9407	0.9432
+38	0.9222	0.9248	0.9272	0.9297	0.9322	0.9347	0.9371
+40	0.9163	0.9189	0.9213	0.9237	0.9263	0.9287	0.9311

°C	атмосферное давление мм рт.ст.						
	758	760	762	764	766	768	770
I	2	3	4	5	6	7	8
-30	I.2026	I.2058	I.2089	I.2122	I.2153	I.2185	I.2217
-28	I.1928	I.1959	I.1990	I.2022	I.2053	I.2084	I.2117
-26	I.1831	I.1862	I.1893	I.1925	I.1956	I.1986	I.2018
-24	I.1736	I.1767	I.1797	I.1829	I.1859	I.1891	I.1922
-22	I.1643	I.1673	I.1703	I.1735	I.1765	I.1795	I.1827
-20	I.1551	I.1581	I.1611	I.1643	I.1673	I.1703	I.1734
-18	I.1460	I.1490	I.1519	I.1551	I.1581	I.1611	I.1642
-16	I.1372	I.1401	I.1431	I.1462	I.1491	I.1521	I.1552
-14	I.1284	I.1313	I.1343	I.1373	I.1402	I.1432	I.1463
-12	I.1197	I.1226	I.1255	I.1285	I.1315	I.1344	I.1374
-10	I.1112	I.1141	I.1169	I.1200	I.1229	I.1258	I.1288
- 8	I.1028	I.1057	I.1086	I.1115	I.1144	I.1173	I.1203
- 6	I.0945	I.0974	I.1003	I.1032	I.1061	I.1089	I.1118
- 4	I.0864	I.0892	I.0921	I.0949	I.0978	I.1006	I.1036
- 2	I.0784	I.0812	I.0841	I.0869	I.0897	I.0925	I.0955
0	I.0705	I.0733	I.0761	I.0789	I.0817	I.0846	I.0875
+ 2	I.0627	I.0655	I.0683	I.0712	I.0739	I.0767	I.0795
+ 4	I.0551	I.0578	I.0605	I.0634	I.0662	I.0689	I.0717
+ 6	I.0475	I.0502	I.0529	I.0557	I.0585	I.0612	I.0641
+ 8	I.0399	I.0427	I.0454	I.0482	I.0509	I.0536	I.0565
+10	I.0326	I.0353	I.0379	I.0407	I.0435	I.0462	I.0489
+12	I.0254	I.0281	I.0307	I.0335	I.0362	I.0388	I.0416
+14	I.0183	I.0209	I.0235	I.0263	I.0289	I.0316	I.0344
+16	I.0112	I.0138	I.0164	I.0192	I.0218	I.0244	I.0272

1	2	3	4	5	6	7	8
+18	1.0043	1.0069	1.0095	1.0122	1.0148	1.0175	1.0202
+20	0.9974	1.0000	1.0026	1.0053	1.0079	1.0105	1.0132
+22	0.9906	0.9932	0.9957	0.9985	1.0011	1.0036	1.0063
+24	0.9839	0.9865	0.9891	0.9917	0.9943	0.9968	0.9995
+26	0.9773	0.9799	0.9824	0.9851	0.9876	0.9902	0.9928
+28	0.9708	0.9734	0.9759	0.9785	0.9811	0.9836	0.9863
+30	0.9645	0.9670	0.9695	0.9723	0.9746	0.9772	0.9797
+32	0.9581	0.9606	0.9631	0.9657	0.9682	0.9707	0.9733
+34	0.9519	0.9544	0.9569	0.9595	0.9619	0.9644	0.9669
+36	0.9457	0.9482	0.9507	0.9532	0.9557	0.9582	0.9607
+38	0.9397	0.9421	0.9445	0.9471	0.9495	0.9520	0.9545
+40	0.9337	0.9361	0.9385	0.9411	0.9435	0.9459	0.9485

Приложение 3

Поглотительные приборы и дозирующее устройство

Рис.1 Поглоотительный прибор Зайцева

Рис.2 Поглоотительный прибор Пстри

Рис.3 Поглоотительный прибор с пористой стеклянной
пластинкой

Рис.4 Дозирующее устройство:

А- Диффузионный натекатель,

1- поток, 2- стеклянный цилиндр,

3- поршень из фторопласта,

4- калиброванный стеклянный капилляр,

Б- Установка для приготовления эталонных
смесей.

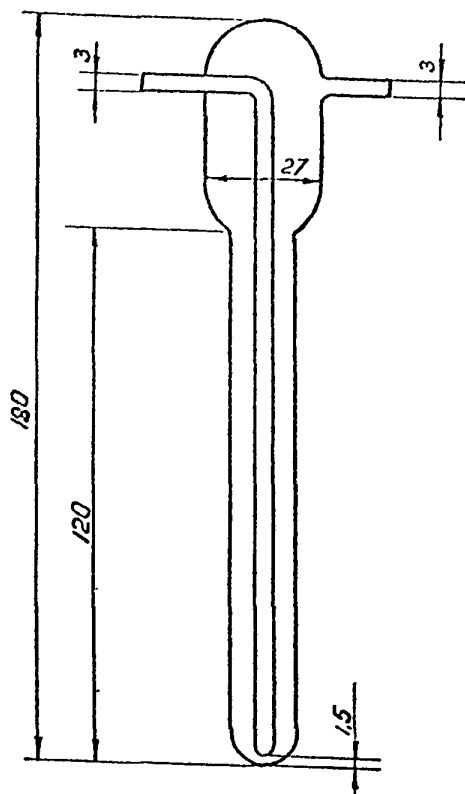


Рис. 1

Поглотительный прибор Зайцева

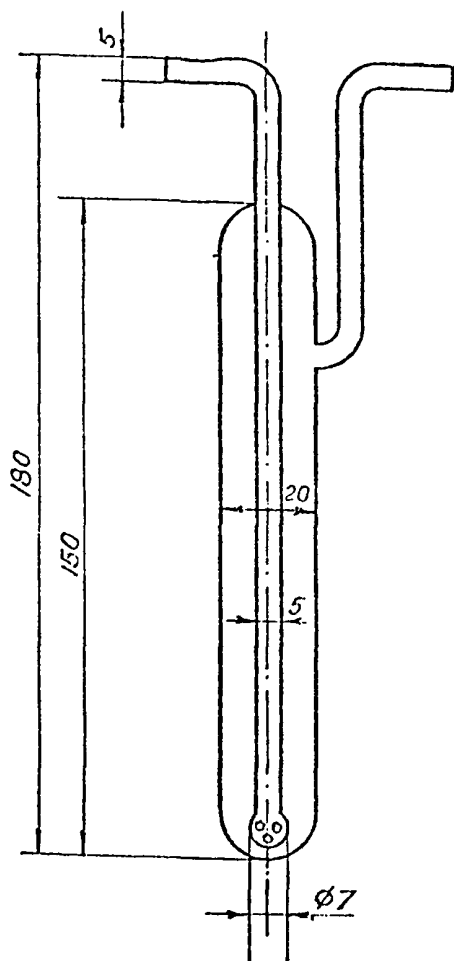


Рис. 2

Поглотительный прибор Петри

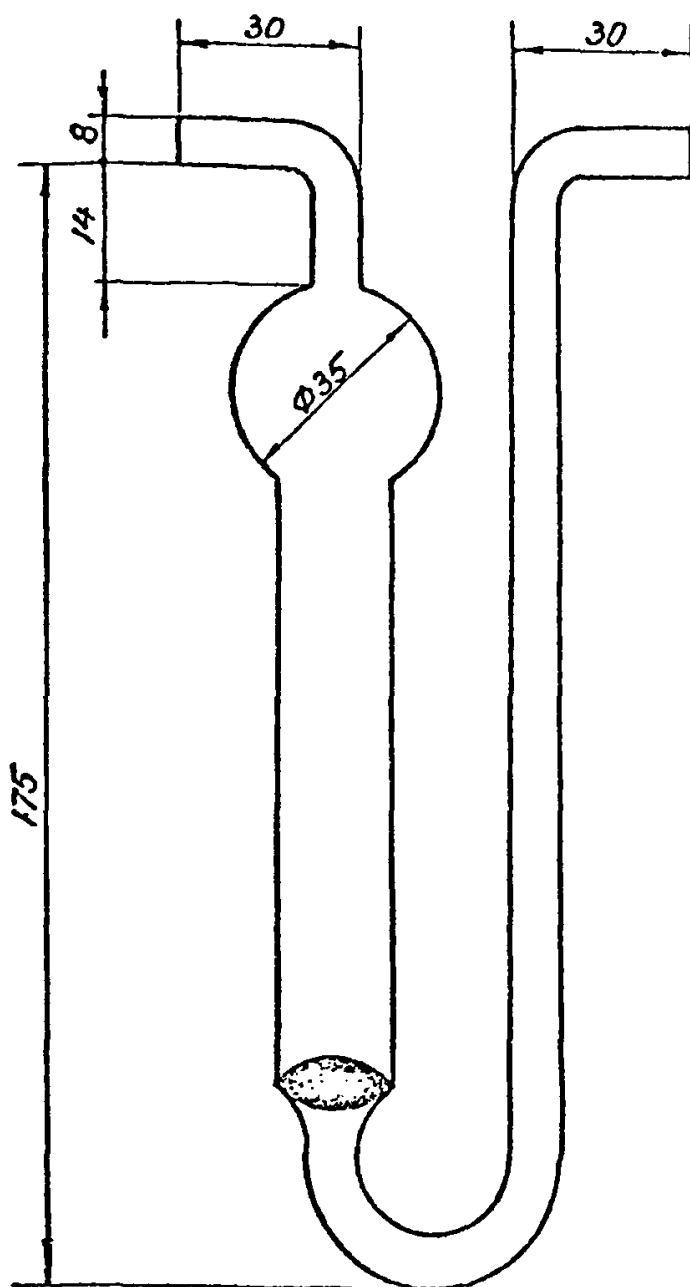


Рис. 3

Поглотительный прибор с пористой стеклянной пластинкой

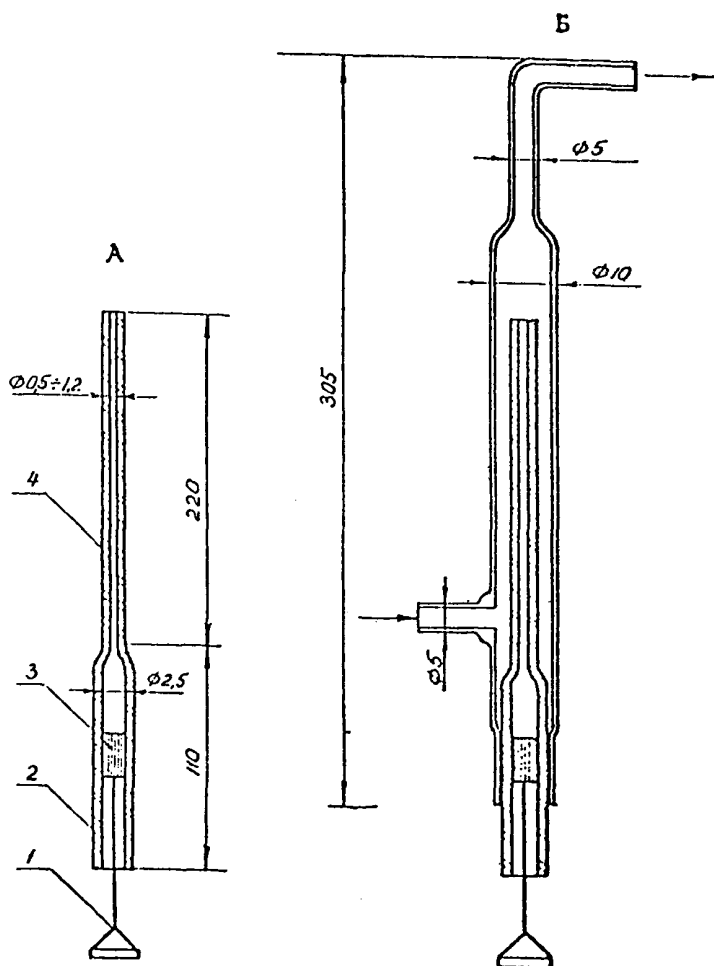


Рис. 4

Дозирующее устройство

А - Диффузионный натекатель: 1-сток, 2-стеклянный цилиндр, 3-поршень из фторопласта, 4-изливаемый стеклянный капилляр.

Б - Установка для приготовления эталонных смесей

Приложение 4

П Е Р Е Ч Е Н Ь

учреждений, представивших методические указания в
данный сборник

№ п/п	Методическое указание	Учреждение представившее методическое указание
1	2	3
1.	Полярографическое определение кадмия	Научно-исследовательский институт гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР
2.	Газохроматографическое определение паральдегида	Уфимский научно-исследовательский институт гигиены и профзаболеваний
3.	Газохроматографическое определение о-м-п-нитротолуолов и о-м-п-толуидинов	Харьковский научно-исследовательский институт гигиены труда и профзаболеваний
4.	Газохроматографическое определение дифтордихлорэтилена	Научно-исследовательский институт гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР
5.	Хроматографическое определение фурфурола, фурфуролового спирта, монофурфурлиденацетона	Узбекский научно-исследовательский институт санитарии, гигиены и профзаболеваний.
6.	Газохроматографическое определение хлористого аллыла, 4-х хлористого углерода, 1,2-дихлорпропана.	Новосибирский научно-исследовательский санитарный институт.

1	2	3
7.	Газохроматографическое определение гексафторбензола	Пермский государственный медицинский институт
8.	Газохроматографическое определение пентафторбензола, монохлорпентафторбензола	—"
9.	Газохроматографическое определение октафтортолуола	—"
10.	Газохроматографическое определение пентафторанглина	Пермский государственный медицинский институт
11.	Газохроматографическое определение дибутилкетона	Ростовский государственный медицинский институт
12.	Газохроматографическое определение метилтетрагидропирана	Волгоградская областная санитарно-эпидемиологическая станция
13.	Газохроматографическое определение тестостерона и метилтестостерона	Филиал Всесоюзного научно-исследовательского химико-фармацевтического института
14.	Определение мета-нитробензоата циклогексиламина методом тонкослойной хроматографии	Киевский научно-исследовательский институт гигиены труда и профзаболеваний
15.	Фотометрическое определение хлористого алыла	Горьковский научно-исследовательский институт гигиены труда и профзаболеваний
16.	Фотометрическое определение о- и п-толуидинов	—"

1	2	3
17.	Фотометрическое определение о- и п-нитрофенолов	Горьковский научно-исследовательский институт гигиены труда и профзаболеваний
18.	Фотометрическое определение м-трифторметилфенилэтилоксиацетата	Университет дружбы народов им. П. Лумумбы.
19.	Фотометрическое определение н-пилипирипролдона	Ростовский государственный медицинский институт
20.	Фотометрическое определение 4,4' - диаминодифенилсульфида	--
21.	Фотометрическое определение 2-нафтойной кислоты	--
22.	Фотометрическое определение диангидрида 1,4,5,8-нафталинтетракарбоновой кислоты	--
23.	Фотометрическое определение 2,3-дихлорпропена	Новосибирский научно-исследовательский санитарный институт
24.	Фотометрическое определение нафталин-2,6-дикарбоновой кислоты, дихлоргидрида нафталин-2,6-дикарбоновой кислоты	Ростовский государственный медицинский институт
25.	Фотометрическое определение 1,4,5,8-нафталинтетракарбоновой кислоты	--

I	2	3
26.	Фотометрическое определение 4,4' - азобензолдикарбоновой кислоты	Ростовский государственный медицинский институт
27.	Фотометрическое определение окиси хрома	Научно-исследовательский институт гигиены труда и профессиональных АИИ СССР

СОДЕРЖАНИЕ

	стр.
Методические указания на полярографическое определение кадмия в воздухе	1
Методические указания на газохроматографическое определение паральдегида в воздухе	4
Методические указания на газохроматографическое определение изомеров нитротолуола и изомеров толуидина в воздухе	9
Методические указания на газохроматографическое определение дифтордихлорэтлена в воздухе...	14
Методические указания на хроматографическое определение фурфурола, фурфурового спирта, монофурфурилиденациетона (МФА) в воздухе	18
Методические указания на газохроматографическое определение хлористого ацетона, четыреххлористого углерода и 1,2 -дихлорпропана в воздухе	22
Методические указания на газохроматографическое определение гексафторбензола (ГФБ) в воздухе	29
Методические указания на газохроматографическое определение пентафторбензола (ПФБ) и монохлорпентафторбензола (МХПФБ) в воздухе.....	34
Методические указания на газохроматографическое определение октафтортолуола в присутствии гексафторбензола, монохлорпентафторбензола в воздухе	38

	стр.
Методические указания на газохроматографическое определение пентафторанпилина (ПФА) в воздухе	43
Методические указания на газохроматографическое определение дибутилкетона в воздухе.....	47
Методические указания на газохроматографическое определение метилентетрагидропирана в воздухе	50
Методические указания на газохроматографическое определение тестостерона и метилтестостерона в воздухе	54
Методические указания на определение миста - нитробензоата циклогексилана (ингибитора Ц-2) методом тонкослойной хроматографии в воздухе	58
Методические указания на фотометрическое определение хлористого аллила в воздухе	64
Методические указания на фотометрическое определение орто-и пара - толудина в воздухе	69
Методические указания на фотометрическое определение орто- и пара - нитротолуола в воздухе	73
Методические указания на фотометрическое определение и-трифторметилфенилизотианата (ТИЦ) в воздухе.....	77
Методические указания на фотометрическое определение 17 -винилпирролидона в воздухе	81
Методические указания на фотометрическое определение 4,4' -диалкилодифенилсульфида в воздухе....	84

	131 стр.
Методические указания на фотометрическое опре- деление 2-нафтойной кислоты в воздухе.....	88
Методические указания на фотометрическое опре- деление диангилрида -1,4,5,8-нафталин-тетра- карбоновой кислоты в воздухе	91
Методические указания на фотометрическое опреде- ление 2,3- дихлорпропилена (2,3-ДХП) в воз- духе.....	94
Методические указания на фотометрическое опреде- ление -2,6 - нафталин-тетракарбоновой кис- лоты (НДК) и дихлорангилрида и 2,6-нафталин - тетракарбоновой кислоты (ДНДК) в воздухе....	99
Методические указания на фотометрическое опреде- ление 1,4,5,8 - нафталинтетракарбоновой кис- лоты (1,4,5,8- НТКК) в воздухе	102
Методические указания на фотометрическое опреде- ление 4,4' - азобензолдикарбоновой кислоты (АБДК) в воздухе.....	105
Методические указания на фотометрическое опреде- ление окиси хрома в воздухе.....	108
Приложение № 1.....	113
Приложение № 2.....	114
Приложение № 3	120
Приложение № 4	125

Зак. II62 Л-66389 от 4/VI-79г. Тир. I000
Типография Министерства Здравоохранения СССР.