

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

XIV

№ 1572-77 -- 1598-77

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.ЗАХАРЕНКО

№ 1582-77

31 января 1977 г.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИБУТИЛКЕТОНА В ВОЗДУХЕ

I. Общая часть

1. Определение основано на использовании газожидкостной хроматографии на приборе с пламенно-ионизационным детектором.

2. Чувствительность определения - 0,001 мкг.

3. Определению не мешают ацетон, метилэтилкетон, метилпропилкетон.

4. Предельно допустимая концентрация дибутилкетона в воздухе - 20 мг/м³.

II. Реактивы и аппаратура

5. Применяемые реактивы.

Дибутилкетон, МРТУ 6-09-6223-69.

Твердый носитель - хроматон N-AW, фракция 0,160-0,200 мм.

Жидкая фаза - метилтридецилоновый эластомер ХЕ-60, 5% от веса носителя.

Газообразные азот, водород, воздух в баллонах с редуктором.

Осушитель.

6. Применяемые приборы и посуда.

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором, мембраной для ввода пробы исследуемого воздуха и спиральной колонкой из нержавеющей стали длиной 4м и внутренним диаметром 4 мм.

Шпигетки резиновые, емкостью 500 мл.

Бутылки стеклянные, емкостью 10 л.

Аспирационное устройство.

Шприц медицинский, стеклянный, емкостью 10 мл.

Секундомер.

Линейка и лупа измерительные.

III. Отбор пробы воздуха

7. Десятикратный объем воздуха со скоростью 1-2 л/мин протягивают через газовую шпигетку. После отбора пробы концы газовой шпигетки закрывают.

IV. Описание определения

Прибор готовят к работе, согласно инструкции.

Условия анализа

Размеры колонки	4м x 4мм
Температура колонки	140 ⁰ С
Газ-носитель	азот
Давление азота	0,7 кг/см ²
Скорость потока газа-носителя	75 мл/мин.
Давление водорода	1,2 кг/см ²
Скорость потока водорода	30 мл/мин
Скорость потока воздуха	300 мл/мин

Скорость бумажной ленты	240 мм/час
Объем анализируемой пробы	10 мл
Время удерживания (мин) дибутилкетона	- 4

Для калибровки прибора готовят разбавленные газоз-душные смеси дибутилкетона. В стеклянную бутылку емкостью 10 л, оборудованную пробкой с отводными трубками, помещают стеклянную запаянную ампулу, содержащую точно взвешенное количество (10-20 мг) дибутилкетона. Бутылку эвакуируют, разбивают ампулу, через 1-2 часа выпускают воздух, смесь перемешивают. Спустя сутки из полученной исходной смеси готовят шкалу стандартов в шести бутылках емкостью 10 л. Для этого в эвакуированные бутылки с помощью шприца вводят от 1 до 10 мл исходной смеси, заполняют емкости воздухом и рассчитывают концентрации дибутилкетона в мкг/10 мл. В хроматограф вводят стандартные смеси шприцем в объеме 10 мл. На основе полученных данных строят графическую зависимость площади пика и количества дибутилкетона в мкг/10 мл.

Концентрацию дибутилкетона в воздухе в мг/м^3 (X) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{g \cdot 1000}{V_{20}} ,$$

где g - найденное количество вещества, мкг;

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

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
<hr/>							
+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.

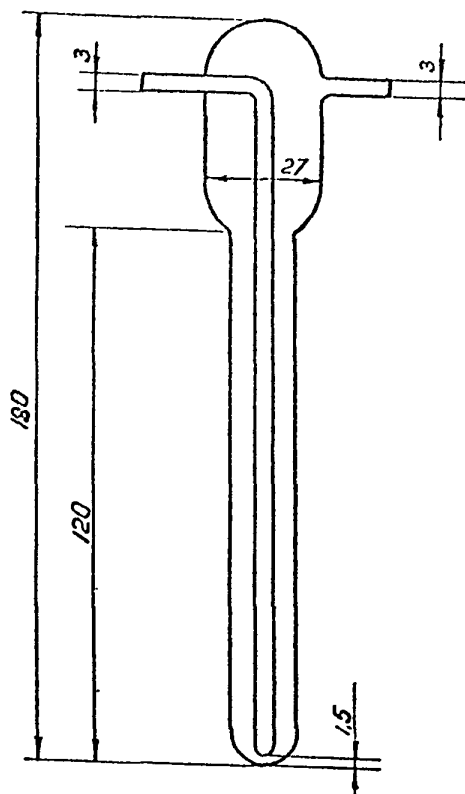


Рис. 1

Поглотительный прибор Зайцева

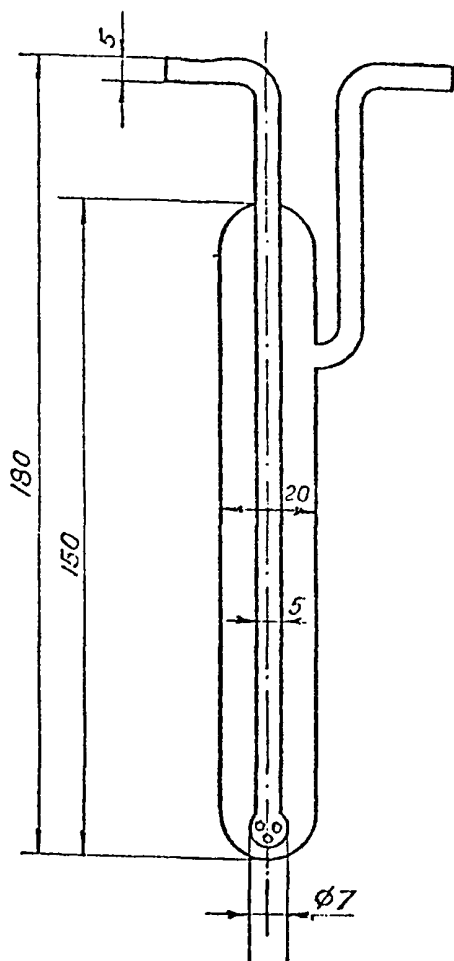


Рис. 2

Поглотительный прибор Петри

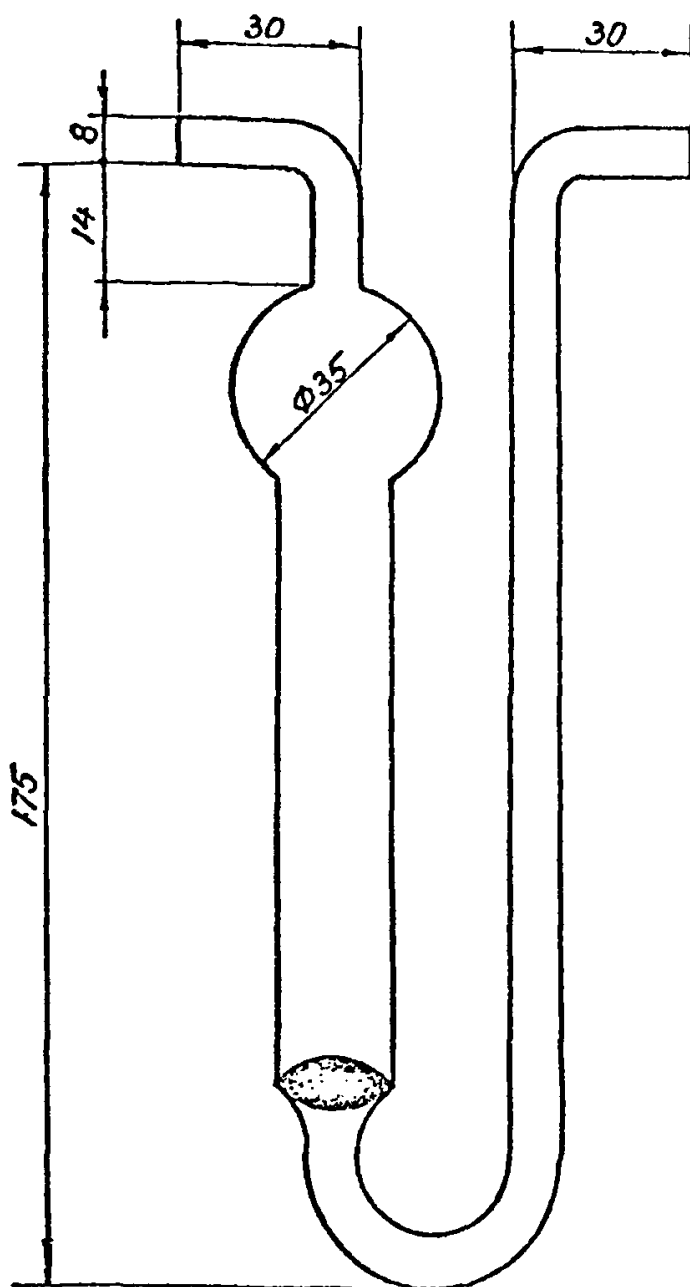


Рис. 3

Поглотительный прибор с пористой стеклянной пластинкой

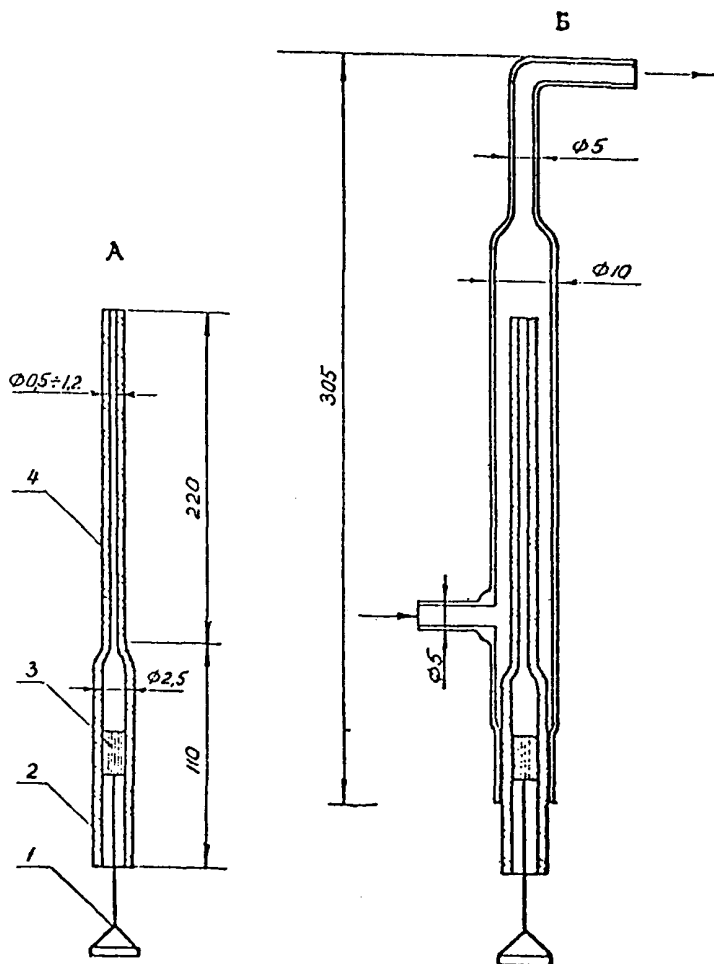


Рис. 4

Дозирующее устройство

А - Диффузионный натекатель: 1-сток, 2-стеклянный цилиндр, 3-поршень из фторопласта, 4-излиброванный 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, монофурфурлиденацептона	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-нитрогенолов	Горьковский научно-иссле- довательский институт гигие- ны труда и профзаболеваний
18.	Фотометрическое определение м-трифторметилфенилизоциана- та	Университет дружбы народов им. П. Лумумбы.
19.	Фотометрическое определение н-пилипирилоидона	Ростовский государственный медицинский институт
20.	Фотометрическое определение 4,4' - диаминодифенилсуль- фида	--"
21.	Фотометрическое определение 2-нафтойной кислоты	--"
22.	Фотометрическое определение диангидрида 1,4,5,8-нафталин- тетракарбоновой кислоты	--"
23.	Фотометрическое определение 2,3-дихлорпропена	Новосибирский научно-иссле- довательский санитарный ин- ститут
24.	Фотометрическое определение нафталин-2,6-дикарбоновой кислоты, дихлоргидрида нафта- лин-2,6-дикарбоновой кислоты	Ростовский государственный медицинский институт
25.	Фотометрическое определение 1,4,5,8-нафталинтетракарбо- новой кислоты	--"

1	2	3
26.	Фотометрическое определение 4,4' - азобензолдикарбоновой кислоты	Ростовский государственный медицинский институт
27.	Фотометрическое определение окиси хрома	Научно-исследовательский институт гигиены труда и профзаболеваний АМН 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, монофурфурилденацетона (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' -дизалилодифенилсульфида в воздухе....	84

	131
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 определе- ние 4,4' - азобензолдикарбоновой кислоты (АБДК) в воздухе.....	105
Методические указания на фотометрическое определе- ние 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.