

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

XIV

№ 1572-77 -- 1598-77

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
на определение вредных веществ в воздухе

Министерство здравоохранение СССР
Москва, 1979 г.

Сборник методических указаний составлен
методической секцией по промышленно -
санитарной химии 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., Свечкин В.Г.

УТВЕРЕДАЮ

Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР

А.И. ЗАЙЧЕНКО

№ 1579-77

31 января 1977г.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

НА ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕНТАФТОРБЕНЗОЛА
(ПФБ) И МОНОХЛОРИПЕНТАФТОРБЕНЗОЛА (МОХПБ) В ВОЗДУХЕ

I. Общая часть

1. Определение основано на использовании газохроматографии на приборе с детектором по теплопроводности.

2. Чувствительность определения пентафторбензола и монохлорпентафторбензола - 5 мкг.

3. Определено не менее исходные и промежуточные продукты получения ПФБ и МОХПБ.

4. Предельно допустимая концентрация пентафторбензола - 5 мг/м³, монохлорпентафторбензола - 2 мг/м³.

II. Реактивы и аппаратура

5. Применяются реактивы и растворы.

Пентафторбензол, $t_{\text{кип}} = 85^{\circ}\text{C}$.

Монохлорпентафторбензол, $t_{\text{кип}} = 117^{\circ}\text{C}$.

Кислота соляная, ГОСТ 3112-67, х.ч., водный раствор 1:1.

Петролейный эфир, перегущенный.

Быдкая фаза - полифенилметилсилоксановая жидкость - 4 (ПФМС-4).

Твердый носитель: ИНЗ-600, фракция 0,25 -0,50 мм.

Ангидрон гранулированный.

Газообразный водород в баллоне с редуктором.

6. Использование посуда и приборы.

Хроматограф с детектором по теплопроводности.

Хроматографическая колонка из нержавеющей стали, длиной 4 м и внутренним диаметром 4 мм.

Пробоотборная U-образная трубка (концентратор), высотой (одно колено) 20 см, диаметром 0,4 см.

Глицериновая бачня.

Шприц медицинский, емкостью 1,5 и 10 мл.

Аспирационное устройство.

Форколонка стеклянная, U-образная для осушителя (ловушка), высотой 15 см (одно колено), внутренним диаметром 1,3 см.

Сосуд Льюара, широкогорлый, емкостью 0,5-1 л.

Набор сит "Чизприбор".

Секундомер.

III. Отбор пробы воздуха

7. Воздух со скоростью 0,5 л/мин протягивают через концентратор, заполненный ПФМС-4 на ИНЗ-600 в количестве 25% от веса носителя. Концентратор во время отбора пробы помещают в сосуд Льюара и охлаждают при температуре - 25°C (смесь поваренной соли, льда и хлористого кальция). Перед пробоотборной трубкой для поглощения влаги помещают ловушку

с ангидриком. Для анализа следует отобрать 5 л воздуха.

IV. Описание определения

Отсаживают ИНЗ-600 фракции 0,25-0,5м, обрабатывают разбавленной 1:1 соляной кислотой при нагревании на водяной бане в течение одного часа. Затем отмывают от пыли и кислоты до отрицательной реакции на йон хлора. Высушивают в сушильном шкафу при температуре 145°-150°С до постоянного веса и прокаливают в муфельной печи при температуре 800-850°С в течение трех часов.

Для приготовления насадки жидкую фазу в количестве 10% от веса носителя растворяют в петролейном эфире и этим раствором заливают носитель. Смесь периодически перемешивают до удаления растворителя. Остатки растворителя удаляют при нагревании в термостате (100°С). Приготовленной насадкой заполняют хроматографическую колонку, поступивая по ней разбавленной трубкой. Колонку помещают в термостат и пропускают при температуре 150°-160°С газом -носителем. Затем для получения стабильной нулевой линии "тренируют" колонку при условиях анализа с периодическим вводом проб анализа - речевых веществ.

Ионизатор с пробой присоединяют к крану дозатору с компенсированным сопротивлением. Нагрев трубки производят на глицериновой бане в течение 5-ти минут при температуре 170°С, после чего кран- дозатор переводят в положение "анализ".

Условия анализа

Размер колонки

4м x 4 мм

Газ-носитель

водород

Скорость потока газа-носителя 0,2 л/мин
 Скорость бумажной ленты 600 м/час
 Время удерживания: пентафторбензола 1 мин 15 сек,
 монохлорпентафторбензола 2 мин.

Для калибровки прибора готовят расчетные концентрации каждого вещества в бутылях емкостью 10 л. Навески веществ от 50 до 200 мг в запаянных ампулах вносят в бутыли, ампулы разбивают и оставляют на 4-5 часов. 1 мл смеси берут из бутыли в шприц, вводят через концентратор в хроматограф и строят калибровочный график.

Концентрации пентафторбензола и монохлорпентафторбензола в воздухе в $\text{мг}/\text{м}^3$ (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{g}{V_{20}}.$$

где: g - найденное количество вещества, мкг;
 V_{20} - объем воздуха, взятый для анализа и приведенный к стандартным условиям по формуле (см. приложение I), л.

Приложение I

Приведение объема воздуха к стандартным условиям (20°С, 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, °С.

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°C
и атмосферное давление 760 мм рт.ст.

°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.II23	I.II55	I.II85	I.I215	I.I246	I.I276	I.I306
-18	I.I035	I.I067	I.I097	I.II27	I.II58	I.II88	I.I218
-16	I.0953	I.0981	I.I011	I.I041	I.I071	I.II01	I.II31
-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.0126	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

I	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							мм рт.ст.
	744	746	748	750	752	754	756	
I	2	3	4	5	6	7	8	
-30	I.I803	I.I836	I.I867	I.I899	I.I932	I.I963	I.I994	
-28	I.I707	I.I739	I.I770	I.I801	I.I834	I.I865	I.I896	
-26	I.I612	I.I644	I.I674	I.I705	I.I737	I.I768	I.I799	
-24	I.I519	I.I550	I.I581	I.I612	I.I644	I.I674	I.I705	
-22	I.I427	I.I458	I.I488	I.I519	I.I550	I.I581	I.I611	
-20	I.I337	I.I368	I.I398	I.I428	I.I459	I.I489	I.I519	
-18	I.I247	I.I278	I.I308	I.I338	I.I369	I.I399	I.I429	
-16	I.II60	I.II91	I.I221	I.I250	I.I282	I.I311	I.I341	
-14	I.I074	I.I105	I.I134	I.I164	I.I194	I.I224	I.I253	
-12	I.0989	I.I019	I.I049	I.I078	I.I108	I.I137	I.I166	
-10	I.0906	I.0936	I.0965	I.0994	I.I024	I.I053	I.I082	
-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

I	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 Поглотительный прибор Зайцева

Рис.2 Поглотительный прибор Петри

Рис.3 Поглотительный прибор с пористой стеклянной пластинкой

Рис.4 Дозирующее устройство:

А- Диффузионный натекатель,

1- поток, 2- стеклянный цилиндр,

3- поршень из фторопластика,

4- калibrрованный стеклянный кашемляр.

Б- Установка для приготовления эталонных смесей.

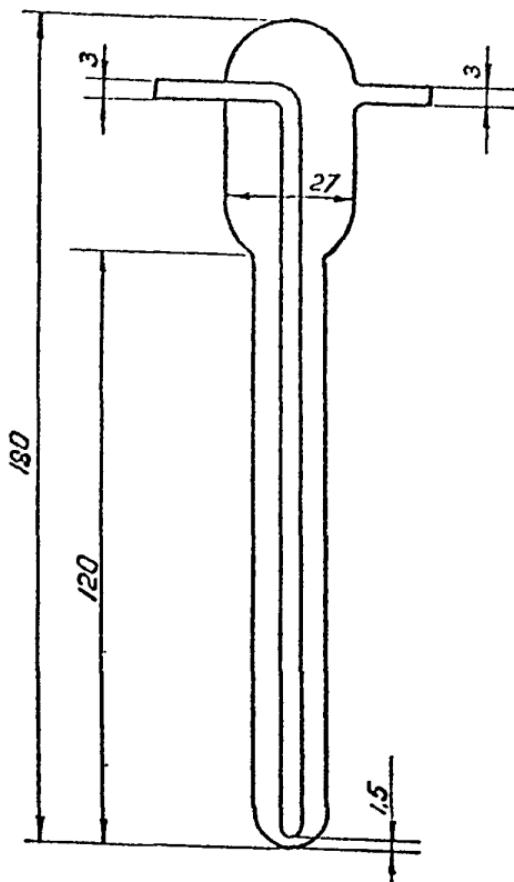


Рис. 1

Поглотительный прибор Зайцева

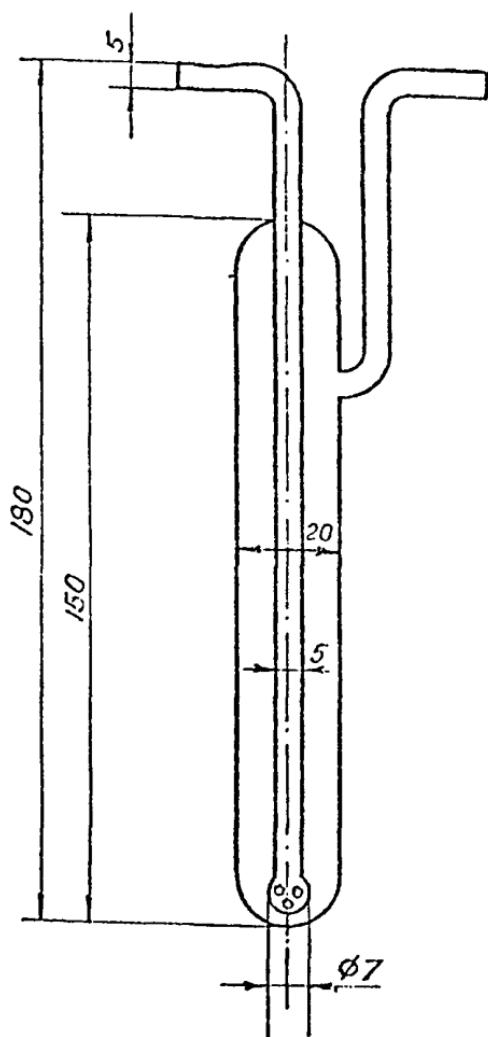


Рис. 2

Поглотительный прибор Петри

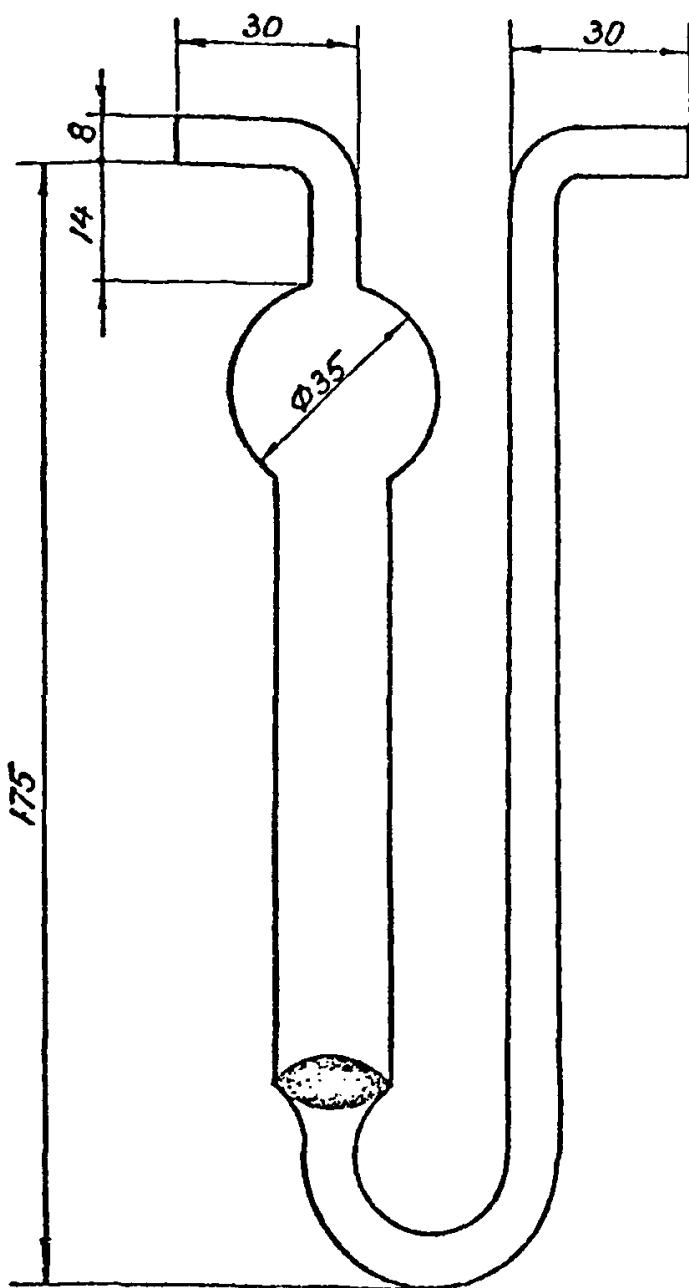


Рис. 3

Поглотительный прибор с пористой стеклянной пластинкой

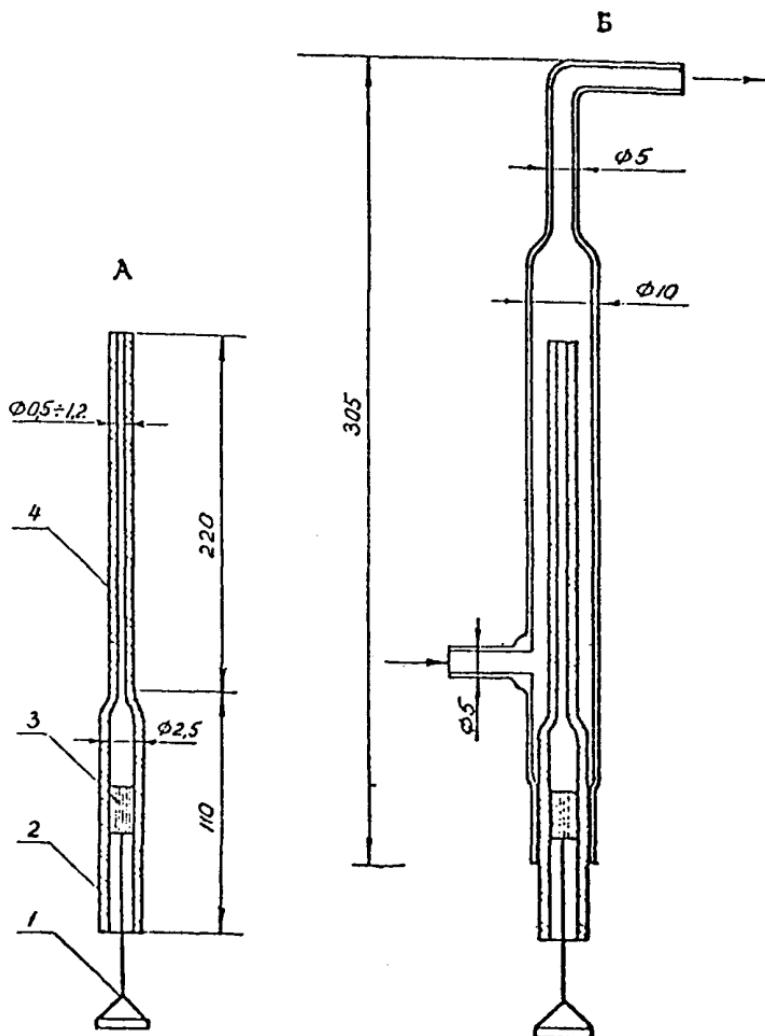


Рис. 4

Дозирующее устройство

А - Дозирующий изотекатель: 1-стоп., 2-стеклянный цилиндр,
3-поршень из фторопластика, 4-калибр. стеклянн. капилляр.

Б - Установка для приготовления эталонных смесей

Приложение 4

ПЕРЕЧЕНЬ

учреждений, представивших методические указания в
данный сборник

№ пп	Методическое указание	Учреждение, представившее методическое указание
1	2	3
1.	Поляграфическое определение кальция	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 дибромихлорэтилена	Научно-исследовательский институт гигиени труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР
5.	Хроматографическое определение фурфурола, фурилового спирта, монофурфурилиденапетона	Узбекский научно-исследовательский институт санитарии, гигиени и профзаболеваний.
6.	Газохроматографическое определение хлористого аллила, 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 пентафторантилина	Пермский государственный медицинский институт
II.	Газохроматографическое определение дибутилкетона	Ростовский государственный медицинский институт
12.	Газохроматографическое определение метилсентетрагидропирана	Волгоградская областная санитарно-эпидемиологическая станция
13.	Газохроматографическое определение тестостерона и метилтестостерона	Филиал Всесоюзного научно-исследовательского химико-фармацевтического института
14.	Определение мета-нитробензата циклогексиламина методом тонкослойной хроматографии	Киевский научно-исследовательский институт гигиены труда и профзаболеваний
15.	Фотометрическое определение хлористого аллила	Горьковский научно-исследовательский институт гигиены труда и профзаболеваний
16.	Фотометрическое определение о- и п-толуидинов	-"-

1	2	3
17.	Фотометрическое определение о- и п-нитротолуолов	Горьковский научно-иссле- довательский институт гигиес- ни труда и профзаболеваний Университет дружбы народов им. П.Лумумбы.
18.	Фотометрическое определение и-трифторометилбензилзоциан- ата	
19.	Фотометрическое определение и-лизилипирролидона	Ростовский государственный медицинский институт
20.	Фотометрическое определение 4,4' - диминодифенилсуль- фита	-" -
21.	Фотометрическое определение 2-нафтоной кислоты	-" -
22.	Фотометрическое определение дигидрида I,4,5,8-нафталин- тетракарбоновой кислоты	-" -
23.	Фотометрическое определение 2,3-дихлорпропена	Новосибирский научно-иссле- довательский санитарный ин- ститут
24.	Фотометрическое определение нафталина, - 2,6-дикарбоновой кислоты, дихлоргидрида нафта- лии-2,6-дикарбоновой кислоты	Ростовский государственный медицинский институт
25.	Фотометрическое определение I,4,5,8-нафталинтетракарбо- новой кислоты	-" -

1

2

3

26. Фотометрическое определение Ростовский государственный
4,4' - азобелзодикарбоновой меллишский институт
кислоты
27. Фотометрическое определение Научно-исследовательский
окисл хрома институт гигиены труда и
профзаболеваний АМН СССР
-

СОДЕРЖАНИЕ

стр.

Методические указания на полярографическое определение калкия в воздухе	1
Методические указания на газохроматографическое определение паралльгидра в воздухе	4
Методические указания на газохроматографическое определение изомеров нитротолуола и изомеров толуидина в воздухе	9
Методические указания на газохроматографическое определение лифтодихлорэтилена в воздухе...	14
Методические указания на хроматографическое определение фурфурола, фурфуролового спирта, монофурфурилденакетона (МФА) в воздухе	18
Методические указания на газохроматографическое определение хлористого алкила, четыреххлористого углерода и 1,2-дихлорпропана в воздухе	22
Методические указания на газохроматографическое определение гексадихлорбензола (ГДБ) в воздухе	29
Методические указания на газохроматографическое определение пентафторбензола (ПФБ) и моноклорпентафторбензола (МПФБ) в воздухе.....	34
Методические указания на газохроматографическое определение октадихлортуола в присутствии гексадихлорбензола, моноклорпентафторбензола в воздухе	38

Методические указания на газохроматографическое определение пентафторакаптана (ПФА) в воздухе	43
стр.	
Методические указания на газохроматографическое определение дигидрофенилкетона в воздухе.....	47
Методические указания на газохроматографическое определение метилентетрагидрофрана в воздухе	50
Методические указания на газохроматографическое определение тестостерона и метилтестостерона в воздухе	54
Методические указания на определение мета - нитробензоата циклогексаниламина (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 - толуидина в воздухе	69
Методические указания на фотометрическое определение орто- и пара - нитротолуола в воздухе	73
Методические указания на фотометрическое определение и - трифторметилфенилизоцианата (ТИЦ) в воздухе.....	77
Методические указания на фотометрическое определение 4-винилпирролидона в воздухе	81
Методические указания на фотометрическое определение 4,4' -дигидроксилфенилсульфида в воздухе....	84

	стр.
Методические указания на фотометрическое определение 2-нафтоной кислоты в воздухе.....	88
Методические указания на фотометрическое определение 1,4,5,8-нафталин-тетракарбоновой кислоты в воздухе	91
Методические указания на фотометрическое определение 2,3-дихлорпропилен (2,3-ДХП) в воздухе.....	94
Методические указания на фотометрическое определение 2,6 - нафталин-тетракарбоновой кислоты (НДК) и дихлорантрахрида и 2,6-нафталин-тетракарбоновой кислоты (ДНК) в воздухе....	99
Методические указания на фотометрическое определение 1,4,5,8 - нафталинтетракарбоновой кислоты (1,4,5,8- НТК) в воздухе	102
Методические указания на фотометрическое определение 4,4' - азобензодиикарбоновой кислоты (АБДК) в воздухе.....	105
Методические указания на фотометрическое определение окиси хрома в воздухе.....	108
Приложение № 1.....	II3
Приложение № 2.....	II4
Приложение № 3	II20
Приложение № 4	II25

Зак. II62 Л-66399 от 4/VI-79г. Тир. 1000
Типография Министерства Здравоохранения СССР.