

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.ЗАМЧЕНКО

№ 1575-77

31 января 1977 г.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
НА ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИФТОР -
ДИХЛОРЕТИЛЕНА В ВОЗДУХЕ

I. Общая часть

1. Метод основан на использовании газожидкостной хроматографии на приборе с электронно-захватным детектором.

2. Чувствительность определения № 0,001 мкг.

3. Определению не мешает фреон - II2.

4. Предельно допустимая концентрация дифтордихлорэтилена в воздухе - 1 мг/м³.

II. Реактивы и аппаратура

5. Применяемые реактивы.

Дифтордихлорэтилен 99,99 %.

Ацетон, ГОСТ 2603-71.

Жидкая фаза: сквалан, 15% от веса твердого носителя.

Твердый носитель - хроматон силанизированный, фракция 0,2-0,25 мм.

Газообразный азот в баллоне с редуктором.

6. Применяемые посуда и приборы.

Хроматограф с электронно-захватным детектором.

Хроматографическая колонка.

Шприцы медицинские цельно-стеклянные емкостью 5-10 мл, 100-150 мл.

Бутыли стеклянные, дозирочные, емкостью 5-10 л.

Линейка и луна измерительные.

Секундомер.

III. Отбор пробы воздуха

7. Пробы воздуха отбирают в шприцы емкостью 100-150 мл. Шприцы закрывают заглушками, (поршень шприца смазывать не следует). Пробу воздуха для анализа берут из большого шприца в малый шприц путем прокола резины заглушки. Анализы рекомендуются проводить в день отбора пробы.

IV. Описание определения

Сквалан в количестве 15% от веса носителя растворяют в ацетоне. В полученный раствор вносят твердый носитель. Перемешивают до улетучивания основного количества растворителя, остатки растворителя удаляют выпариванием на водяной бане или в сушильном шкафу при температуре 50-60°C. Подготовленной насадкой заполняют хроматографическую колонку. Заполненную колонку кондиционируют при 100°C в токе газа-носителя в течение 18-20 часов при отключенном детекторе, затем подключают детектор и регистратор и продолжают кондиционирование колонки до дрейфа нулевой линии, не превышающего 5% от длины скалы регистратора, с периодическим вводом проб анализируемого вещества.

Общую подготовку прибора проводят согласно инструкции; определение дрейфа, проверка на воспроизводимость, определение чувствительности по анализируемому веществу. Пробы сист-

ро вводят путем прокола резиновой мембраны шприцем, погружая иглу до отказа и быстро вынимая. Необходимо всю серию анализов проводить с одним и тем же шприцем. Предварительно проводят контрольный анализ таких же объемов чистого воздуха.

Условия анализа

Размер колонки - 2м x 4мм

Температура колонки - 55°C

Температура детектора - 115°C

Скорость потока газа-носителя - 45 мл/мин

Скорость бумажной ленты - 40 мм/ч

Объем анализируемой пробы - 10 мл

Время удерживания дифтордихлорэтилена - 1 мин.

Количественный расчет проводят по методу абсолютной калибровки. Стандартную смесь анализируемого вещества с воздухом готовят в стеклянной бутылке с сифоном объемом 5-10 л, в которую вводят микропипеткой 0,1-0,2 мл дифтордихлорэтилена. Через 3-5 часов из исходной смеси готовят промежуточные, а затем рабочие смеси в шприцах емкостью 100 мл с концентрациями 1,0-2,0-4,0-6,0-8,0 мкг/л дифтордихлорэтилена. Для анализа берут по 10 мл каждой смеси и определяют площади пиков путем умножения высоты пика на его ширину, измеренную на половине высоты. Калибровочный график строят в координатах: площадь пика ($S \text{ см}^2$ - количество дифтордихлорэтилена (мкг в 10 мл). Условия калибровки и анализа проб должны быть одинаковы.

Концентрацию дифтордихлорэтилена в воздухе в $\text{мг/м}^3(X)$ 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 (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.

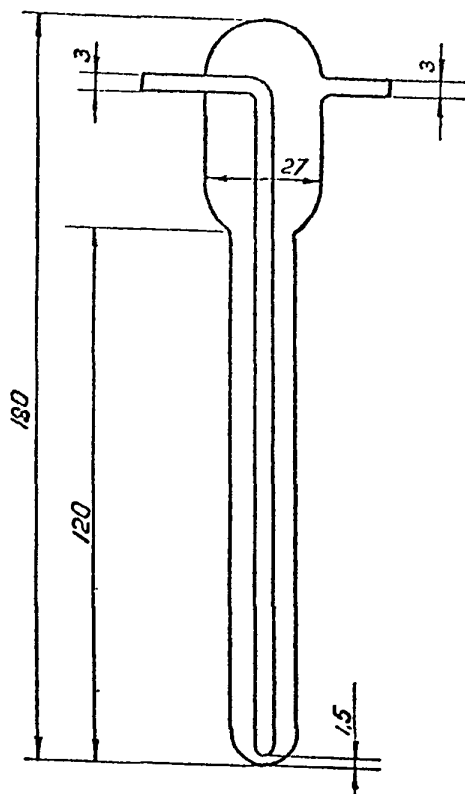


Рис. 1

Поглотительный прибор Зайцева

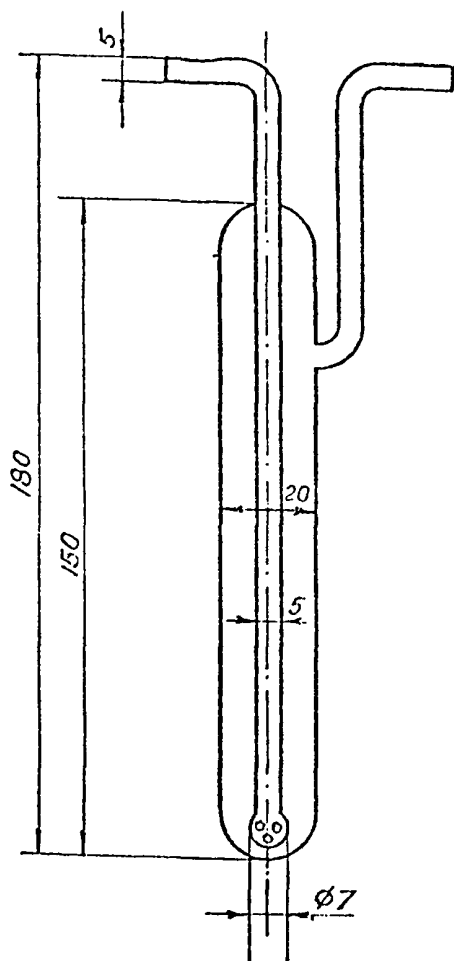


Рис. 2

Поглотительный прибор Петри

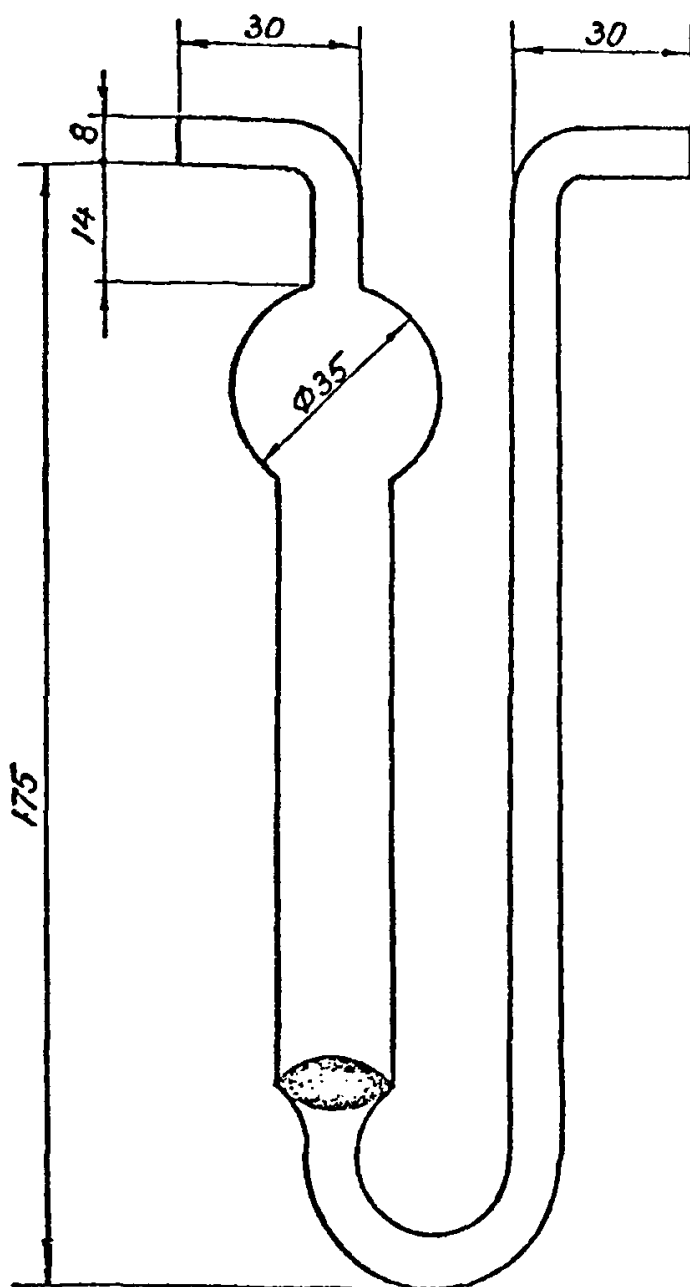


Рис. 3

Поглотительный прибор с пористой стеклянной пластинкой

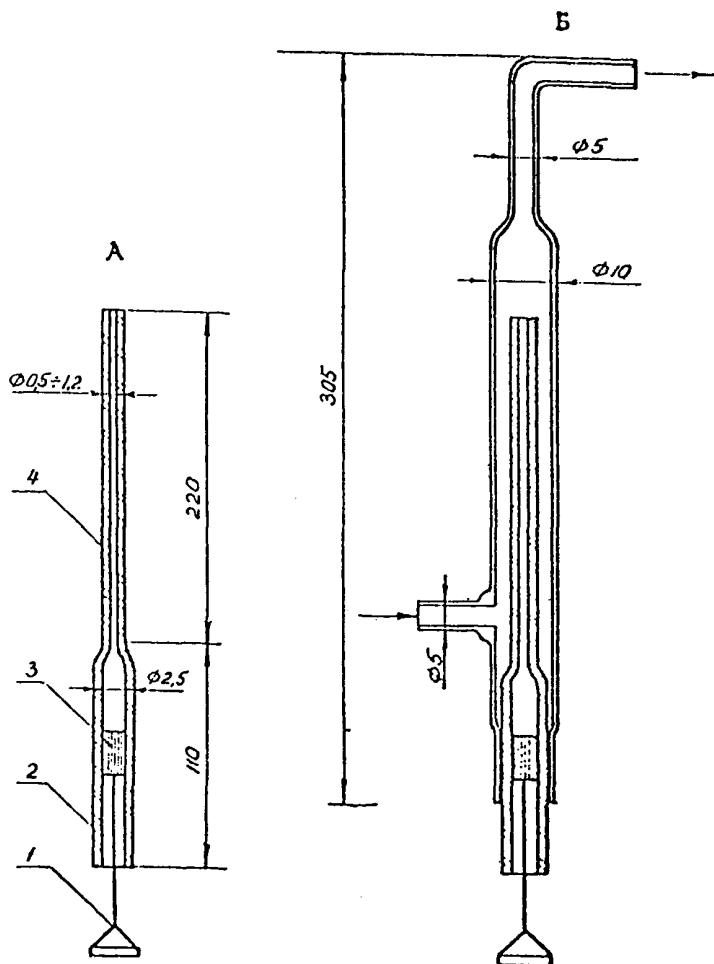


Рис. 4

Дозирующее устройство

А - Диффузионный натекатель: 1-сток, 2-стеклянный цилиндр, 3-поршень из фторопласта, 4-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, 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-нилпириролидона	Ростовский государственный медицинский институт
20.	Фотометрическое определение 4,4' - диаминодифенилсульфида	--
21.	Фотометрическое определение 2-нафтойной кислоты	--
22.	Фотометрическое определение диангида I,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 I,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 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, 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 мста - нитробензоата циклогексимилина (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 (НТК) и дихлорангилрида и 2,6-нафталин - тетракарбоновой кислоты (ДНТК) 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.