

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ
В ВОЗДУХЕ**

Выпуск XIX

Москва, 1984 г.

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

Москва, 1963 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.

ВЫПУСК XIX

Редакционная коллегия: Кузьминых А.И., Македонская Р.Н.,
Овечкин В.Г.

Л-79263 от 28.10.83г. Зав. 1943 Тир. 1000

Типография Министерства Здравоохранения СССР.

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного
государственного
санитарного врача СССРА.И.ЗАИЧЕНКО
"15" Сентябрь 1983 г.
Р-468-83

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по газохроматографическому измерению концентраций метилового, этилового, изопропилового, н-пропилового, н-бутилового, втор-бутилового и изо-бутилового спиртов в воздухе рабочей зоны

Физические свойства компонентов

Спирт	Формула	M	уд.вес	T кип. °C	Растворимость
Метиловый	CH ₃ OH	32,04	0,792	64,7	хорошо растворим в воде
Этиловый	C ₂ H ₅ OH	46,07	0,789	78,3	и орг. растворителях
изо-Пропиловый (CH ₃) ₂ CHOH		60,09	0,789	82,2	- " -
н-Пропиловый	CH ₃ CH ₂ CH ₂ OH	60,09	0,804	97,2	- " -
втор-Бутиловый	CH ₃ CH(OH)CH ₂ CH ₃	74,12	0,808	100,0	- " -
изо-Бутиловый	(CH ₃) ₂ CHCH ₂ OH	74,12	0,803	108,0	- " -
н-Бутиловый	CH ₃ CH ₂ CH ₂ CH ₂ OH	74,12	0,810	117,7	- " -

I. Характеристика метода

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

Отбор проб проводится с концентрированием в воду.

Гранич измерения спиртов в анализируемом объеме пробы: метилового, этилового, н-изопропилового и изо-втор-бутилового - 0,01 мкг, н-бутилового - 0,02 мкг.

Гранич измерения в воздухе (при отборе 10 л. воздуха): метилового, этилового, н-изопропилового и изо-втор-бутилового - 2,5 чг/м³, н-бутилового - 5 мг/м³

Диапазон измеряемых концентраций: 2,5 - 25,0 мг/м³.

Граница суммарной погрешности измерения не превышает $\pm 25\%$.

Предельно допустимые концентрации: метилового спирта - 5 мг/м³
н-пропилового, изо-пропилового, н-бутилового и изо-бутилового -
10 мг/м³, этилового - 1000 мг/м³, втор-бутилового - не установ-
лена.

2. Реактивы, растворы и материалы

Метиловый спирт, ГОСТ 6965-77, хч.

Этиловый спирт, ГОСТ 5962-67, ректификат.

н-Пропиловый спирт, ТУ 6-09-1999-77, хч.

изо-Пропиловый спирт, ГОСТ 9805-76, хч.

н-Бутиловый спирт, ГОСТ 5208-81, хч.

изо-Бутиловый спирт, ГОСТ 6016-77, хч.

втор-Бутиловый спирт, ТУ 6-09-1999-77, хч.

Основные растворы спиртов. В мерную колбу ёмкостью 25 мл вносят 10-15 мл воды и взвешивают. Добавляют 1-2 капли спирта и вновь взвешивают. По разности в весе вычисляют навеску и расчитывают содержание спирта в 1 мл.

Стандартные растворы спиртов с концентрациями: метилового спирта - от 5 до 20 мкг/мл, других спиртов - от 10 до 50 мкг/мл, готовят соответствующим разбавлением основных растворов водой.

Толуол, ГОСТ 5789-78, чда.

Полисорб-І (фракция 0,25-0,50 мм).

Газообразные гелий, осч; водород, ГОСТ 3022-70, и воздух, ГОСТ II882-73, в баллонах с редукторами.

3. Приборы и посуда

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором.

Колонка из стекла длиной 1 м и диаметром 3 мм.

Аспирационное устройство.

Поглотительные приборы с пористой пластинкой №1.

Микрошиприц МШ-10.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 25 и 100 мл.

Пипетки, ГОСТ 20292-74, емкостью 1, 2 и 5 мл.

4. Проведение измерения

Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 0,5 л/мин аспирируют через поглотительный прибор с 5 мл воды, помещенный в баню со льдом (+4°C).

Объем воздуха, необходимый для определения 1/2 ПДК составляет: для метилового спирта - 10 л, для этилового спирта - 0,05 л, н-пропилового спирта - 5 л, изопропилового спирта - 5 л, н-бутилового спирта - 10 л, изо-бутилового спирта - 5 л.

Отобранные пробы можно хранить в течение 3-х суток.

Условия анализа

Приготовление хроматографической колонки

Полисорб-1 очищают путем просушивания на воздухе при температуре 140-160°C, либо кипячением в течение 2-х дней в колбе с толуолом, с последующей сушкой в шкафу при 120°C в течение 5 часов. Приготовленным носителем наполняют колонку с помощью вакуума и механической вибрации. Кондиционирование колонки проводят в токе газа-носителя (азота) - 35 мл/мин при постепенном повышении температуры от 120 до 160°C со скоростью 10 град/час и выдерживают при конечной температуре в течение 2-х часов. После этого колонку подсоединяют к детектору и снижают температуру до рабочей.

2 мкл из поглотительного прибора вводят в хроматограф через самоуплотняющуюся мембрану в испарителе. Для количественного определения используют метод абсолютной калибровки. Для этого в хроматограф вводят по 2 мкл стандартных растворов каждого из спиртов. На основании полученных данных строят градуировочный график зависимости площадей пиков от концентрации веществ из пяти параллельных определений. Условия калибровки и анализа должны быть одинаковыми.

Длина колонки	1 м
Диаметр колонки	3 мм
Сорбент	полисорб-1
Температура колонки	100°C
Температура испарителя	180°C
Скорость потока газа-носителя-азота	36 мл/мин
Скорость потока водорода	33 мл/мин
Скорость потока воздуха	330 мл/мин
Скорость диаграммной ленты	600 мм/час
Объем вводимой пробы	2 мкл
Время анализа	20 мин
Время удерживания спиртов, мин:	
метилового	1,1
этилового	2,4
изо-пропилового	4,3
н-пропилового	6,5
втор-бутилового	12,1
изо-бутилового	14,4
н-бутилового	18,7

Концентрацию каждого компонента в $\text{мг}/\text{м}^3$ воздуха (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G \cdot y_1}{y \cdot y_{20}};$$

где: G - количество вещества, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;

y_1 - общий объем пробы, мл;

y - объем пробы, взятый для анализа, мл;

y_{20} - объем воздуха, л, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям по формуле (см.приложение 1)

Приложение I

Приведение объема воздуха к стандартным условиям проводят по следующей формуле:

$$V_{20} = \frac{V_t(273 + 20) \cdot P}{(273 + t) \cdot 101,33};$$

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

P - барометрическое давление, кПа (101,33 кПа = 760 мм рт.

t° - температура воздуха в месте отбора пробы, $^{\circ}\text{C}$

Для удобства расчета V_{20} следует пользоваться таблицей коэффициентов (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 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

Приложение 3

Вещества, определяемые по ранее утвержденным
и опубликованным Методическим Указаниям

№ пп	Наименование вещества	Опубликованные МУ
1.	Полиоксиамид	ТУ на метод определения пыль в воздухе промышленных предприятий. Выпуск IV, 1965 г., стр.165.
2.	Полибензоксазол	- " -
3.	Сополимер стирола и метилметакрилата (Инкар-27)	- " -
4.	Сополимер бутилакрилата, стирола, метилметакрилата, аллилметакрилата (Инкар-27а)	- " -
5.	Сополимер винилхлорида, винилацетата и винилового спирта (А-150М)	- " -
6.	Поликсадиазол (ПОД-2)	- " -
7.	Сополимер винилхлорида и метилакрилата МА-20	- " -
8.	Летучие вещества, выделяющиеся при вулканизации шинной резины (по сумме аминов)	ТУ на метод определения фенил- β -нафтиламина. Выпуск УП, 1971 г. стр.60.

Приложение 4

Перечень
учреждений, представивших методические указания
в данный сборник

Методические указания	Учреждение, представившее методическое указание
Фотометрическое определение адипиновой и себациновой кислот	Институт гигиены им. Ф.Ф.Эрисмана
Фотометрическое определение бутил-нитрита	Университет дружбы народов им.П.Лумумбы
Газохроматографическое определение винилглицидилового эфира этиленгликоля (винилокса)	Ангарский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Поляграфическое определение вольфрама	ВЦНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
Газохроматографическое определение диэтилентриамина, этилендиамина, триэтилентетрамина	Уфимский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Поляграфическое определение диэтилтеттурида	ЦИУВ, кафедра промгигиены г.Москва
Фотометрическое определение ди(2-этилгексил)фенилфосфата и дифенил(2-этилгексил)фосфата	Институт гигиены им. Ф.Ф.Эрисмана
Фотометрическое определение 3,4-диметокси-фенилацетонитрила (гомонитрила)	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР. г.Москва - " -
Фотометрическое определение 3,4-диметоксибензилхлорида	Одесский медицинский институт
Фотометрическое определение 2,3-дибром-2-бутен-1,4-диола	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
Фотометрическое определение 1,2-диметоксибензола (вератрола)	Белорусский санитарно-гигиенический институт
Газохроматографическое определение дибутилсебацината	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
Газохроматографическое определение дибутилфталата, диоктилфталата, дибутилсебацината и диоктиладипината	ГОСНИИ ХЛОРПРОЕКТ, г.Киев
Газохроматографическое определение изопропилхлорекса	Уфимский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение кетоэфира	

1	2
Газохроматографическое определение компонентов бензометанольной смеси (метанол, изобутанол, углеводороды)	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
Хроматографическое определение каторана	Ташкентский медицинский институт
Фотометрическое определение канифоли	Ангарский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение летучих жирных кислот	- " -
Спектрофотометрическое определение масляного аэрозоля	ВНИИГ, г.Москва
Полярографическое определение марганца и железа	ВДНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
Полярографическое определение меди	- " -
Газохроматографическое определение метанола из бензометанольной смеси	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
Фотометрическое определение метурина	Университет дружбы народов им.П.Лумумбы
Полярографическое определение молибдена	ВДНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
Газохроматографическое определение метилового, этилового, изопропилового, н-пропилового, н-бутилового, втор-бутилового и изобутилового спиртов	- " -
Газохроматографическое определение 3-нитро-4-хлорбензотрифторида	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
Газохроматографическое определение норборнен ⁹ и норбарнадиена	- " -
Газохроматографическое определение окиси углерода	Казанское пуско-наладочное управление инженерно-производственного треста "Оргнефтехимзаводы"
Полярографическое определение свинца, олова, меди и кадмия при совместном присутствии	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
Спектрофотометрическое определение стиromалла	Ангарский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение тетраэтилсвинца	- " -

I	2
Поляграфическое определение титана	ВЦНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
Фотометрическое определение тиодифениламина	Донецкий НИИ гигиены тру и профзаболеваний
Фотометрическое определение третичных жирных аминов и аминоспиртов (триэтиламина,диметилэтаноламина,диэтилэтаноламина,триэтаноламина)	- " -
Фотометрическое определение трифторметилфенилмочевины	Университет дружбы народ им.П.Думумбы
Хроматографическое определение фенурона	- " -
Фотометрическое определение фенилметилмочевины	- " -
Фотометрическое определение хлористого натрия	Донецкий НИИ гигиены тру и профзаболеваний
Хроматографическое определение хлорэндикового ангидрида	ВНИИ ГИИТОКС, г.Киев
Поляграфическое определение хрома (VI и III)	ВЦНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
Фотометрическое определение цианистого водорода	Ленинградский НИИ гигиени труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение этилена,пропилена и ацетальдегида	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР г.Москва

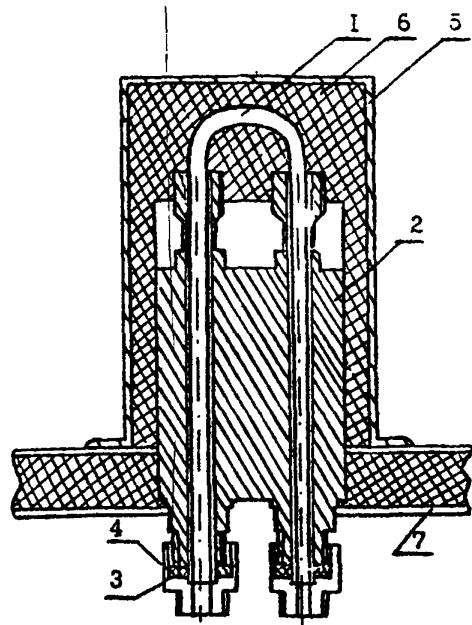


Рис.1. Общий вид установки реактора в испаритель.
 1 - реактор, 2 - испаритель, 3 - букса,
 4 - штуцер, 5 - кожух испарителя,
 6 - шлаковата, 7 - крышка блока анали-
 затора.

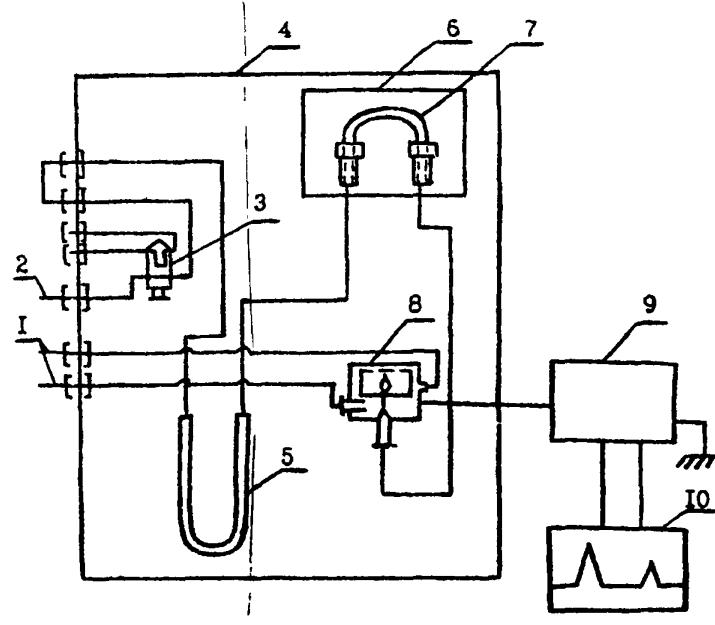


Рис.2. Схема подключения реактора.
 1 - подача воздуха, 2 - подача водорода,
 3 - кран-дозатор, 4 - блок анализатора,
 5 - хроматографическая колонка, 6 - кожух
 с теплоизоляционным материалом, 7 - реактор,
 8 - детектор, 9 - усилитель, 10 - потенциометр.

СОДЕРЖАНИЕ

	стр.
Фотометрическое определение адипиновой и себациновой кислот.....	3
Фотометрическое определение бутилнитрита.....	7
Газохроматографическое определение винилглицидилового эфира этиленгликоля (винилокса).....	10
Полярографическое определение вольфрама.....	13
Газохроматографическое определение диэтилентриамина, этилендиамина, триэтилентетрамина.....	17
Полярографическое определение диэтилтеллурида.....	21
Фотометрическое определение ди(2-этилгексил)фенилfosфата и дифенил(2-этилгексил)fosфата.....	25
Фотометрическое определение 3,4-диметоксифенилацетонитрила (гомонитрила).....	30
Фотометрическое определение 3,4-диметоксибензилхлорида..	34
Фотометрическое определение 2,3-дibром-2-бутен-1,4-диола.....	37
Фотометрическое определение 1,2-диметоксибензола (вератрола).....	40
Газохроматографическое определение дибутилсебацината....	43
Газохроматографическое определение дибутилфталата, диоктилфталата, дибутилсебацината и диоктиладипината.....	47
Газохроматографическое определение изопропилхлорекса....	52
Газохроматографическое определение кетозифира.....	55
Газохроматографическое определение компонентов бензометанольной смеси (метанол, изобутанол, углеводороды)....	60
Хроматографическое определение каторана.....	65
Фотометрическое определение канифоли.....	69
Газохроматографическое определение летучих жирных кислот.....	72
Спектрофотометрическое определение масляного аэрозоля...	76

	стр.
Полярографическое определение марганца и железа.....	80
Полярографическое определение меди.....	86
Газохроматографическое определение метанола из бензо- метанольной смеси.....	90
Фотометрическое определение метурина.....	93
Полярографическое определение молибдена.....	97
Газохроматографическое определение метилового, этилового, изопропилового, н-пропилового, н-бутилового, втор-бутило- вого и изобутилового спиртов.....	102
Газохроматографическое определение 3-нитро-4-хлорбензо- трифторида.....	106
Газохроматографическое определение норборнена и нор- борнадиена.....	109
Газохроматографическое определение окиси углерода.....	113
Полярографическое определение свинца, олова, меди и кадмия при совместном присутствии.....	117
Спектрофотометрическое определение стиромоли.....	122
Газохроматографическое определение тетраэтилсвинца.....	125
Полярографическое определение титана.....	129
Фотометрическое определение тиодифениламина.....	134
Фотометрическое определение третичных азирных аминов и аминоспиртов (триэтиламина, диметилэтаноламина, диэтил- этаноламина, триэтаноламина).....	137
Фотометрическое определение трифторметилфениламочевинны...	142
Хроматографическое определение фенуриона.....	145
Фотометрическое определение фенилметиламочевинны.....	150
Фотометрическое определение хлористого натрия.....	153
Хроматографическое определение хлорендикиового ангидрида.	156
Полярографическое определение хрома (VI и III).....	161
Фотометрическое определение цианистого водорода.....	167
Газохроматографическое определение этилена, пропилена и ацетальдегида.....	171