

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, 1983 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. Зап. 1943 Тир. 1000

Типография Министерства Здравоохранения СССР.

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного
государственного
санитарного врача СССР

А.И. Заиченко А.И. ЗАИЧЕНКО

"06" *сентября* 1983 г.

№ 2843-83

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ КОТОРАНА
В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



M = 232,2

Которан - высокoeffективный гербицид избирательного действия для борьбы с сорняками в посевах хлопчатника. Действующим началом препарата является N(3-трифторметилфенил)-N'-N'-диметилмочевина. В чистом виде - белые кристаллы с $T_{пл} = 163-164^{\circ}C$. Давление паров при $20^{\circ}C$ $5 \cdot 10^7$ мм.рт.ст. Хорошо растворим в ацетоне и спирте. Растворимость в воде при $20^{\circ}C$ составляет 90 мг/л. В воздухе рабочей зоны может присутствовать в виде аэрозоля и пыли.

I. Характеристика метода

Определение основано на хроматографическом выделении которана в тонком слое, термическом разложении его до аминобензотрифторида и определении в виде окрашенного продукта сочетания диазотированного аминобензотрифторида с α -нафтолом.

Отбор проб проводится с концентрированием на фильтры.

Предел измерения - 2 мкг в анализируемом объеме пробы.

Предел измерения в воздухе - $2,5 \text{ мг/м}^3$ (при отборе 20 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций: от $2,5$ до $12,5 \text{ мг/м}^3$.

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

Определению не мешают аминобензотрифторид, бензотрифторид, м-нитробензотрифторид и о-дихлорбензол.

Предельно допустимая концентрация которана в воздухе 5 мг/м^3 .

2. Реактивы, растворы и материалы

Спирт этиловый, ГОСТ 5963-67, ректификат.

Хлореформ, ГОСТ 3160-51, хч, свежеперегнанный.

Ацетон, ТУ 6-09-3513-75, осч, свежеперегнанный.

Кислота соляная, ГОСТ 3118-77, хч, уд.веса 1,19.

Натрий азотистокислый, ГОСТ 4187-74, чда.

Аммиак водный, ГОСТ 3760-79, чда, 25%-ный раствор.

Калия гидроокись, ГОСТ 4203-65, чда.

α -нафта, ГОСТ 5838-79, ч.

Оксид алюминия для хроматографии II-степени активности,

Гипс медицинский просеянный.

Которан, ч.

Основной раствор которана с концентрацией 1 мг/мл готовят растворением 100 мг вещества в ацетоне в мерной колбе на 100 мл .

Раствор устойчив в течение года при хранении в холодильнике.

Стандартный раствор которана с концентрацией 10 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением основного раствора ацетоном.

Раствор устойчив в течение года при хранении в холодильнике.

Проявляющий реагент: Раствор №1 - 4 мл концентрированной соляной кислоты разбавляют 46 мл дистиллированной воды, к раствору добавляют 1 г азотистокислого натрия. Раствор №2 - $2,8 \text{ г}$ гидроокиси калия растворяют в 50 мл воды и добавляют $0,1 \text{ г}$ α -нафта.

Растворы готовят перед употреблением.

Фильтры АФА-ВП-10.

3. Приборы и посуда

Аспирационное устройство.

Фильтродержатели.

Испаритель ротационный вакуумный ИР-1.

Камера хроматографическая с притертой крышкой.

Ступка фарфоровая с пестиком.

Пластины стеклянные, размером 9х12 см.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 50 и 100 мл.

Пипетки, ГОСТ 20292-74, емкостью 1, 2, 5 и 10 мл.

Стаканы лабораторные стеклянные, ГОСТ 10394-72, емкостью 50 мл

Колбы стеклянные, ГОСТ 10394-72, емкостью 100 мл.

Воронки стеклянные, ГОСТ 8613-75, диаметром 56 мм.

Пробирки центрифужные, емкостью 5 мл.

Капилляры стеклянные, диаметром 0,5-0,6 мм.

4. Проведение измерения

Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 10 л/мин аспирируют через фильтр АФА-ВП-10, укрепленный в фильтродержателе. Для определения 1/2 ЦДК необходимо отобрать 20 л воздуха.

Условия анализа

Приготовление хроматографических пластинок. Для приготовления сорбционной массы для 11 пластинок берут 50 г окиси алюминия, добавляют 5 г медицинского гипса и растирают в ступке. К однородной массе приливают 75 мл дистиллированной воды и быстро перемешав, наносят равномерно на каждую пластинку. Пластины сушат при комнатной температуре 10-12 часов, хранят в специальных стеклянных закрытого типа.

Фильтр с отобранной пробой помещают в стакан, добавляют 10 мл спирта. Несколько минут промывают фильтр, затем сливают растворитель в мерную колбу емкостью 50 мл, отжимая фильтр стеклянной палочкой. Фильтр промывают еще три раза порциями по 10 мл спирта. Содержимое мерной колбы доводят до метки спиртом и тщательно перемешивают. Отбирают 2 мл раствора и переносят в центрифужную пробирку. В пробирку помещают стеклянный капилляр с заплавленным

верхним концом. Пробирку помещают на кипящую водяную баню и удаляют растворитель до объема 0,05–0,1 мл. Параллельно в аналогичные пробирки помещают серию стандартных растворов: 0,2; 0,3; 0,4 и 0,5 мл, что соответствует 2, 3, 4 и 5 мкг которана. В пробирки помещают заплавленные капилляры и удаляют растворитель до объема 0,05–0,1 мл.

Сконцентрированную пробу количественно переносят при помощи того же капилляра, но с отломанным заплавленным концом, на хроматографическую пластинку. Параллельно на пластинку с помощью капилляров наносят стандартные растворы с содержанием 2, 3, 4 и 5 мл которана. Хроматографирование сначала ведут в хлороформе. Затем пластинку вынимают и высушивают на воздухе. После этого пластинку помещают в систему ацетон–конц.аммиак (30:1) и позволяют растворителям подняться до половины пластинки. Затем пластинку помещают в сушильный шкаф и выдерживают 30 минут при 160°C. После охлаждения пластинку обрабатывают проявляющим раствором №1, а затем №2. Которан проявляется на пластинке в виде розовых пятен с $R_f=0,53 \pm 0,02$. Если в пробе присутствует аминобензотрифторид, он проявится на хроматограмме в виде розового пятна с $R_f=0,74 \pm 0,02$.

Количественное определение которана в анализируемой пробе проводят визуально или на денситометре "БИАН-178". Количество вещества в анализируемом объеме находят по отношению интегральных значений концентрации красителя образцов и "свидетелей".

Концентрацию которана в мг/м³ воздуха (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G \cdot V_1}{V \cdot V_{20}};$$

где: G – количество которана, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;

V_1 – общий объем пробы, мл;

V – объем пробы, взятый для анализа, мл;

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

Приложение I

Приведение объема воздуха к стандартным условиям проводят по следующей формуле:

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

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 P, 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 пыли в воздухе промышленных предприятий. Выпуск У, 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.	Полиоксадиазол (ПОД-2)	- " -
7.	Сополимер винилхлорида и метилакрилата МА-20	- " -
8.	Летучие вещества, выделяющиеся при вулканизации шинной резины (по сумме аминов)	ТУ на метод определения фенол-А-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 себадиновой кислот	Институт гигиены им. Ф.Ф.Эрисмана
Фотометрическое определение бутил-нитрита	Университет дружбы наро- дов им.П.Лукумбы
Газохроматографическое определение винилглицидового эфира этиленгликоля (винилокса)	Ангарский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Полярографическое определение вольфрама	ВЦНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
Газохроматографическое определение диэтилентриамина, этилендиамин, триэтилентетрамина	Уфимский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Полярографическое определение диэтил-теллурида	ЦИУВ, кафедра промгигиены г.Москва
Фотометрическое определение ди(2-этил-гексил)фенилфосфата и дифенил(2-этил-гексил)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-диметоксibenзилхлорида	- " -
Фотометрическое определение 2,3-дибром-2-бутен-1,4-диола	Одесский медицинский институт
Фотометрическое определение 1,2-диметоксibenзола (вератрола)	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
Газохроматографическое определение дибутилсебадината	Белорусский санитарно- гигиенический институт
Газохроматографическое определение дибутилфталата, диоктилфталата, дибутилсебадината и диоктиладипината	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
Газохроматографическое определение изопропилхлорекса	ГОСНИИ ХЛОПРОЕКТ, г.Киев Филиал
Газохроматографическое определение кетоэфира	Уфимский НИИ гигиены труда и профзаболеваний

1	2
Газохроматографическое определение компонентов бензометанольной смеси (метанол, изобутанол, углеводороды)	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г. Москва
Хроматографическое определение которана	Ташкентский медицинский институт
Фотометрическое определение канифоли	Ангарский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение летучих жирных кислот	- " -
Спектрофотометрическое определение масляного аэрозоля	ВНИИДГ, г. Москва
Полярографическое определение марганца и железа	ВЦНИИОТ 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	ВЦНИИОТ 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 норборнена и норборнадина	- " -
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 стиромалья	Ангарский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение тетраэтилсвинца	- " -

I	2
Полярнографическое определение титана	ВЦНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
Фотометрическое определение тиодифениламина	Донецкий НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение третичных жирных аминов и аминоспиртов (триэтиламина, диметилаэтанолamina, диэтилаэтанолamina, триэтанолamina)	- " -
Фотометрическое определение трифторметилфенилмочевины	Университет дружбы народов им.П.Думумбы
Хроматографическое определение фенолуона	- " -
Фотометрическое определение фенилметилмочевины	- " -
Фотометрическое определение хлористого натрия	Донецкий НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Хроматографическое определение хлорендикового ангидрида	ВНИИ ГИНТОКС, г.Киев
Полярнографическое определение хрома (VI и III)	ВЦНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
Фотометрическое определение цианистого водорода	Ленинградский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение этилена, пропилена и ацетальдегида	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР г.Москва

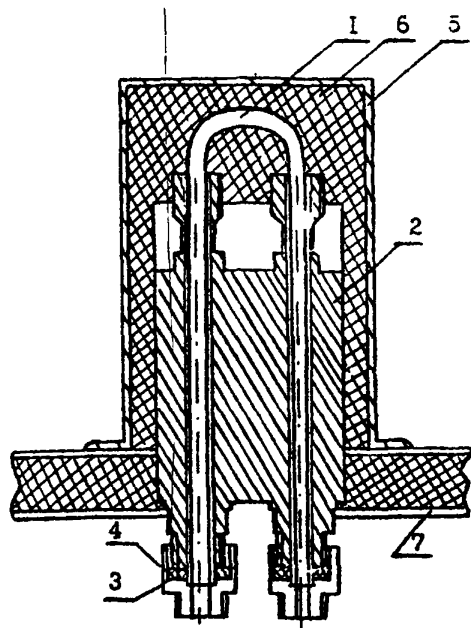


Рис.1. Общий вид установки реактора в испаритель.
1 - реактор, 2 - испаритель, 3 - бокса, 4 - штуцер, 5 - кожух испарителя, 6 - шлаковата, 7 - крышка блока анализатора.

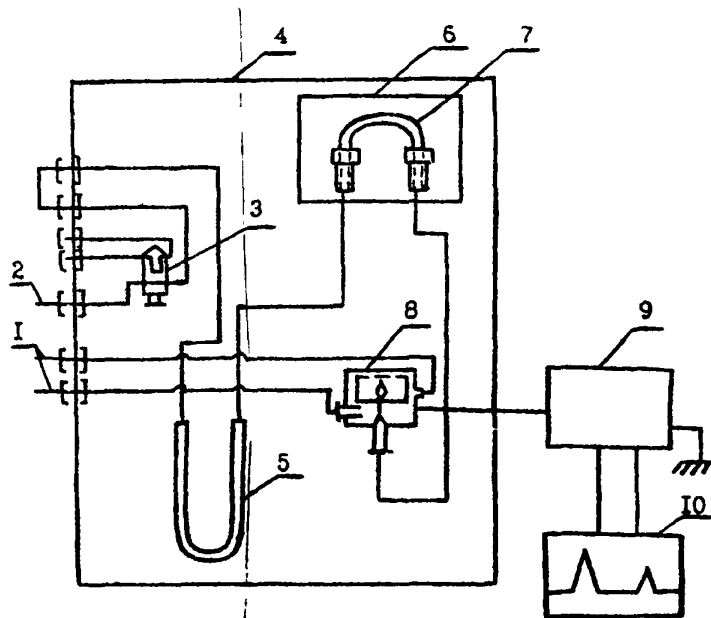


Рис.2. Схема подключения реактора.
1 - подача воздуха, 2 - подача водорода, 3 - кран-дозатор, 4 - блок анализатора, 5 - хроматографическая колонка, 6 - кожух с теплоизоляционным материалом, 7 - реактор, 8 - детектор, 9 - усилитель, 10 - потенциометр.

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)фенилфосфата и дифенил(2-этилгексил)фосфата.....	25
Фотометрическое определение 3,4-диметоксифенилацетонитрила (гомонитрила).....	30
Фотометрическое определение 3,4-диметоксибензилхлорида..	34
Фотометрическое определение 2,3-дибром-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 кетозфира.....	55
Газохроматографическое определение компонентов бензо-метанольной смеси (метанол, изобутанол, углеводороды).....	60
Хроматографическое определение которана.....	65
Фотометрическое определение канифоли.....	69
Газохроматографическое определение летучих жирных кислот.....	72
Спектрофотометрическое определение масляного аэрозоля...	76

	стр.
Поляррографическое определение марганца и железа.....	80
Поляррографическое определение меди.....	86
Газохроматографическое определение метанола из бензо- метанольной смеси.....	90
Фотометрическое определение метурина.....	93
Поляррографическое 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
Поляррографическое определение свинца, олова, меди и кадмия при совместном присутствии.....	117
Спектрофотометрическое определение стиромала.....	122
Газохроматографическое определение тетраэтилсвинца.....	125
Поляррографическое определение титана.....	129
Фотометрическое определение тиодифениламина.....	134
Фотометрическое определение третичных жирных аминов и аминоспиртов (триэтиламина, диметилаэтанолamina, диэтил- этанолamina, триэтанолamina).....	137
Фотометрическое определение трифторметилфенилмочевины...	142
Хроматографическое определение фенолона.....	145
Фотометрическое определение фениламетилмочевины.....	150
Фотометрическое определение хлористого натрия.....	153
Хроматографическое определение хлорангидрического ангидрида.	156
Поляррографическое определение хрома (VI и III).....	161
Фотометрическое определение цианистого водорода.....	167
Газохроматографическое определение этилена, пропилена и ацетальдегида.....	171