

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

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

Выпуск XIX

Москва, 1984 г.

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕЙ 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.ЗАЙЧЕНКО
"06" ~~октября~~ 1963 г.
№ 2852-33

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ КОМПОНЕНТОВ
БЕНЗОМЕТАНОЛЬНОЙ СМЕСИ (метанол, изобутанол, углеводороды) В
ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Физико-химические свойства анализируемых веществ

Анализируемые вещества	М	Т.кил.°С	Упругость пара мм.рт.ст.	Растворимость	
				вода	органич.раств.
Метанол	32,04	64,05	88,7	р	р
Изобутанол	74,12	107,5	8,8	10(15°)	р
Углеводороды: парабини, цикло- парабини C_1-C_{10}	-	до 174°C	-	н.р.	р

В воздухе присутствуют в виде паров.

I. Характеристика метода

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

Отбор проб проводится с концентрированием на активном угле.

Пределы измерения: метанола - 0,01 мкг, изобутанола - 0,01 мкг, углеводородов - 0,005 мкг в анализируемом объеме пробы.

Пределы измерения в воздухе: метанола - 2,5 мг/м³, изобутанола - 5,0 мг/м³, предельных углеводородов - 150 мг/м³ (при отборе 0,2 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций: для метанола от 2,5 до 25 мг/м³, для изобутанола от 5,0 до 50 мг/м³, для углеводородов -

от 1,0 до 1500 мг/м³.

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

Определению не мешают ароматические углеводороды.

Предельно допустимые концентрации в воздухе: метанола - 5 мг/м³, изобутилового спирта - 10,0 мг/м³, предельных углеводородов - 300 мг/м³.

2.Реактивы, растворы и материалы

Спирт метиловый, ТУ 6-09-1709-72, хч.

Спирт изобутиловый, ТУ 6-09-2709-71, хч.

н-Гексан, ТУ 6-09-6519-70, хч.

Основные растворы метанола, изобутанола и н-гексана готовят следующим образом: взвешивают мерную колбу с 10 мл бутилацетата или хлорбензола, добавляют 2-3 капли анализируемого вещества и снова взвешивают. Рассчитывают концентрацию в 1 мл раствора.

Стандартные растворы метанола, изобутанола и н-гексана с концентрациями 10 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением основных растворов бутилацетатом или хлорбензолом.

Бутилацетат, ТУ 6-09-781-76, хч.

Хлорбензол, ГОСТ 13488-68, хч. Бутилацетат и хлорбензол дополнительно очищают от примесей перегонкой с дефлегматором. После очистки бутилацетат и хлорбензол не должны содержать примесей, мешающих определению метанола, изобутанола и углеводородов.

Хлороформ, ГОСТ 3160-51, хч.

Ацетон, ТУ 6-09-3513-75, хч.

Уголь активный БАУ, ГОСТ 6217-74, фракция 0,25-0,5 мм, промытый несколько раз ацетоном и дистиллированной водой и высушенный в токе азота в течение 2-х часов при температуре 200°C.

Твердый носитель - хроматон N(для хроматографии), фракция 0,3-0,1 мм.

Жидкая фаза - 1,2,3-три(цианэтокси)пропан (для хроматографии)

Газообразные азот, ГОСТ 9293-74, и водород, ГОСТ 3022-70, в баллонах с редукторами.

3.Приборы и посуда

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором.

Колонка из нержавеющей стали длиной 3 м и внутренним диаметром 3 мм.

Концентрационные трубы из стекла длиной 8 см и внутренним диаметром 4 мм, заполненные активным углем БАУ.

Микрошлипци МШ-10.

Микрокомпрессор АЭН-2

Набор сит "Физприбор".

Секундомер.

Аспирационное устройство.

Баня водяная.

Шкаф сушильный.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74Е, емкостью 25, 50 и 100 мл.

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

4.Проведение измерения

Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 0,2 л/мин аспирируют через концентрационную трубку с 200 мг активного угля БАУ при охлаждении льдом.

Для определения I/2 ПДК метанола, изобутанола и углеводородов достаточно отобрать 0,2 л воздуха. Отобранный проба сохраняется без изменения в термосе со льдом или в холодильнике в течение 10 суток.

Условия анализа

Для заполнения хроматографической колонки готовят сорбент на нанесении смеси (по весу) раствора 1,2,3-три(цианатокси)пропана в хлороформе на хроматон γ . Хлороформ удаляют на водяной бане при осторожном перемешивании сорбента, который затем высушивают в сушильном шкафу при температуре 100°C в течение 2 ч.

шельном шкафу при 100°C в течение 2-х часов. Хроматографическую колонку заполняют под вакуумом с помощью вибратора и кондиционируют в токе газа-носителя при 80°C в течение 6 часов. Прибор готовят к работе согласно инструкции.

После отбора пробы уголь из концентрационной трубки переносят в пробирку с притертой пробкой (или микробюкс с притертой крышкой) с 0,5 мл бутилацетата или хлорбензола и оставляют на 30 минут. 10 мкл полученного раствора вводят при помощи микроинжектора через самоуплотняющуюся мембрану в испаритель хроматографа. Для количественного определения используют метод абсолютной калибровки. Для этого готовят серия стандартных растворов н-гексана с концентрациями от 0,5 до 8 мкг/мл, метанола и изобутанола - с концентрациями от 1,0 до 8 мкг/мл и по 10 мкл каждого раствора вводят по 5 раз в испаритель хроматографа. По результатам определения строят градуировочный график зависимости концентрации от площади пиков. Условия анализа и калибровки должны быть идентичными.

Длина колонки	3 м
Диаметр колонки	3 мм
Твердый носитель	хроматон Н
Неподвижная фаза	I,2,3-три(цианэтокси)-пропан.
Температура колонки	55°C
Температура испарителя	180°C
Скорость потока газа-носителя (азота)	25 мл/мин
Скорость потока водорода	30 мл/мин
Скорость потока воздуха	300 мл/мин
Скорость диаграммной ленты	600 мм/час
Объем вводимой пробы	10 мкл
Время удерживания:	
углеводороды	1 мин 30
метанол	6 мин 50
изобутанол	14 мин

Концентрацию метанола, изобутанола и углеводородов в мг/м³ воздуха (Х) вычисляют по формуле:

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

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

V_I - 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:

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

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	I.I582	I.I646	I.I709	I.I772	I.I836	I.I899	I.I963	I.2026	I.2058	I.2122	I.2185
-26	I.I393	I.I456	I.I519	I.I581	I.I644	I.I705	I.I768	I.I831	I.I862	I.I925	I.I986
-22	I.I212	I.I274	I.I336	I.I396	I.I458	I.I519	I.I581	I.I643	I.I673	I.I735	I.I795
-18	I.I036	I.I097	I.II58	I.I278	I.I278	I.I338	I.I399	I.I460	I.I490	I.I551	I.I611
-14	I.0866	I.0926	I.0986	I.I045	I.II05	I.II64	I.I224	I.I284	I.I313	I.I373	I.I432
-10	I.0701	I.0760	I.0819	I.0877	I.0936	I.0994	I.I053	I.III2	I.II41	I.I200	I.I258
-6	I.0540	I.0599	I.0657	I.0714	I.0772	I.0829	I.0887	I.0945	I.0974	I.I032	I.I089
-2	I.0385	I.0442	I.0499	I.0556	I.0613	I.0669	I.0726	I.0784	I.0812	I.0869	I.0925
0	I.0309	I.0366	I.0423	I.0477	I.0535	I.0591	I.0648	I.0705	I.0733	I.0789	I.0846
+2	I.0234	I.0291	I.0347	I.0402	I.0459	I.0514	I.0571	I.0627	I.0655	I.0712	I.0767
+6	I.0087	I.0143	I.0198	I.0253	I.0309	I.0363	I.0419	I.0475	I.0502	I.0557	I.0612
+10	0.9944	0.9999	I.0054	I.0108	I.0162	I.0216	I.0272	I.0326	I.0353	I.0407	I.0462
+14	0.9806	0.9860	0.9914	0.9967	I.0027	I.0074	I.0128	I.0183	I.0209	I.0263	I.0316
+18	0.9671	0.9725	0.9778	0.9830	0.9884	0.9936	0.9989	I.0043	I.0069	I.0122	I.0175
+20	0.9605	0.9658	0.9711	0.9763	0.9816	0.9868	0.9921	0.9974	I.0000	I.0053	I.0105
+22	0.9539	0.9592	0.9645	0.9696	0.9749	0.9800	0.9853	0.9906	0.9932	0.9985	I.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- <i>β</i> -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 бутилнитрита	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, триэтилентетраамина	Уфимский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Поляграфическое определение диэтилтеттурида	ЦИУВ, кафедра промгигиены г.Москва
Фотометрическое определение ди(2-этилгексил)фенилfosфата и дифенил(2-этилгексил)fosфата	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 дибутилсебацинаты	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
Газохроматографическое определение дибутилфталата, диоктилфталата, дибутилсебацинаты и диоктиладипината	ГОСНИИ ХЛОРИПРОЕКТ, 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-хлорбензотрифтогида	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
Газохроматографическое определение норборнен ^g 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 труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение третичных жирных аминов и аминоспиртов (триэтиламина,диметилэтаноламина,диэтилэтаноламина,триэтаноламина)	- " -
Фотометрическое определение трифторметилфенилмочевины	Университет дружбы народов им.П.Лумумбы
Хроматографическое определение фенурона	- " -
Фотометрическое определение фенилметилмочевины	- " -
Фотометрическое определение хлористого натрия	Донецкий НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Хроматографическое определение хлорэндикового ангидрида	ВНИИ ГИНТОКС, 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

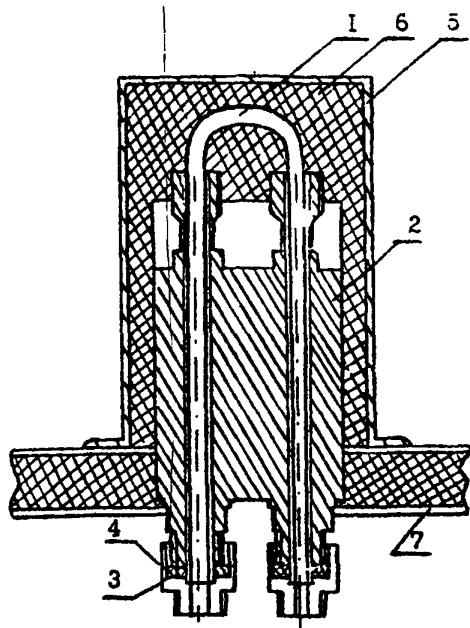


Рис.1. Общий вид установки реактора в испаритель.
1 - реактор, 2 - испаритель, 3 - букса,
4 - штуцер, 5 - кожух испарителя,
6 - шлаковата, 7 - крышка блока анализа-

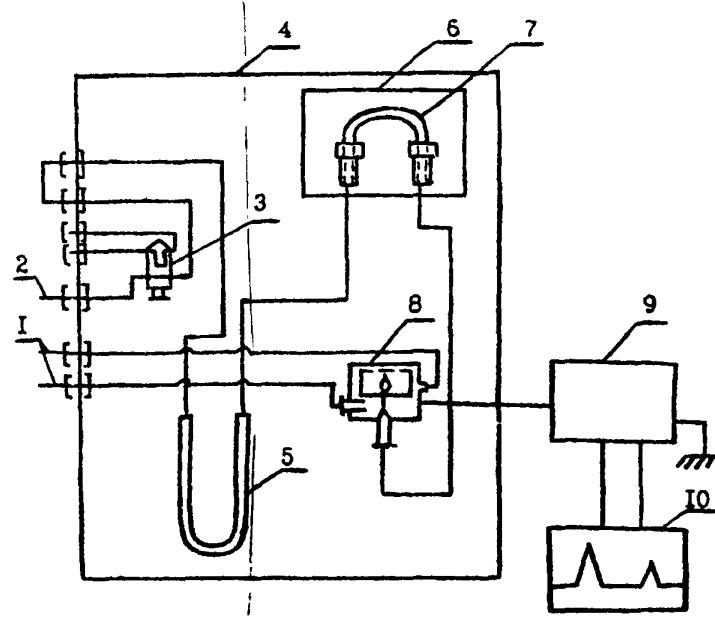


Рис.2. Схема подключения реактора.
1 - подача воздуха, 2 - подача водорода,
3 - кран-дозатор, 4 - блок анализатора,
5 - хроматографическая колонка, 6 - кожух
с теплоизоляционным материалом, 7 - реактор,
8 - детектор, 9 - усилитель, 10 - потенциометр.

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 тетраэтилсвинцида.....	125
Полярографическое определение титана.....	129
Фотометрическое определение тиодифениламина.....	134
Фотометрическое определение третичных азирных аминов и аминоспиртов (триэтиламина, диметилэтаноламина, диэтил- этаноламина, триэтаноламина).....	137
Фотометрическое определение трифторметилфениламочевины...	142
Хроматографическое определение фенурона.....	145
Фотометрическое определение фенилметиламочевины.....	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