

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 СССР

A.I. ЗАЙЧЕНКО

"06" сентябрь 1983 г.  
и 28.9.83

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ  
ДИБУТИЛФТАЛАТА, ДИОКТИЛФТАЛАТА, ДИБУТИЛСЕБАСИНАТА  
И ДИОКТИЛДИПИНАТА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Дибутилфталат /ДБФ/ -	$C_6H_{14}/COOC_4H_9/2$	M = 278,36
Диоктилфталат /ДОФ/ -	$C_6H_{14}/COOC_8H_{17}/2$	M = 390,0
Дибутилсебацинат /ДБС/-	$/CH_2/4COOC_4H_9/2$	M = 314,47
Диоктилдипинат /ДОД/ -	$[COOCH_2CH_2C_2H_5/C_4H_9]_2$	M = 370,0

ДБФ представляет собой бесцветную маслянистую жидкость с  $T_{кип} 340^{\circ}\text{C}$ ,  $T_{пл} /-35^{\circ}\text{C}/$ . Плотность при  $30^{\circ}\text{C}$  - 1,75 мг/м<sup>3</sup> /расч./.

ДОФ - жидкость с  $T_{кип} 386^{\circ}\text{C}$ ,  $T_{пл} /-40^{\circ}\text{C}/$ .

ДБС - жидкость с  $T_{кип} 344^{\circ}\text{C}$ ,  $T_{пл} /-10^{\circ}\text{C}/$ .

ДОД - жидкость с  $T_{кип} 214^{\circ}\text{C}$ .

Все перечисленные вещества в воде практически нерастворимы. Хорошо растворяются в органических растворителях и углеводородах. В воздухе рабочей зоны находятся в виде аэрозолей и паров.

### I. Характеристика метода

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

Отбор проб проводится с концентрированием веществ в этиловый спирт.

Предел измерения ДБФ - 0,005 мкг; ДОФ и ДОА - 0,01 мкг; ДБС - 0,02 мкг в анализируемом объеме пробы.

Предел измерения ДБФ в воздухе - 0,15 мг/м<sup>3</sup>; ДОФ и ДОА - 0,5 мг/м<sup>3</sup>; ДБС - 0,5 мг/м<sup>3</sup>.

Диапазон измеряемых концентраций, мг/м<sup>3</sup>: ДБФ - 0,15-5; ДОА - 0,25-10; ДБС - 0,5-10.

Определению не мешают бутилбензоат, диметилфталат, эпиксидран, бензол, толуол.

Точность суммарной погрешности измерения не превышает  $\pm 15\%$ .

Предельно допустимые концентрации, мг/м<sup>3</sup>: ДБФ - 0,5; ДОФ - 1; ДБС - 10; ДОА - не установлена.

## 2. Реактивы и растворы

ДБФ - ГОСТ 2102-67, ч.

ДОФ - МРТУ 6-09-851-63, х.ч.

ДОА - МРТУ 6-09-1984-64, ч.

ДБС - МРТУ 6-09-3244-66, ч.

Стандартные растворы ДБФ, ДОФ, ДОА и ДБС в гексане или хлороформе с концентрацией от 5 до 100 мкг/мл. При хранении в холодильнике растворы устойчивы в течение месяца.

Гексан, ТУ 6-09-3375-78, ч., или хлороформ, ГОСТ З160-51, х.ч.

Этиловый спирт, ГОСТ 5963-57, реагент.

Жидкая фаза - силикон OV-17 или E-301.

Твердый носитель - целит 545 /фракция 0,18-0,25/.

## 3. Приборы и посуда

Хроматограф Цвет-102 с пламенно-ионизационным детектором.

Хроматографическая колонка, стальная /1 м x 0,3 мм/.

Поглотительные сосуды с полистой пластинкой № 2.

Фарфоровые чашки, ГОСТ 9147-80, емкость 20, 50 мл.

Круглодонные пробирки с пришлифованной пробкой /высотой 6-8 см, диаметром 1-1,5 см/.

Микрошприцы, вместимостью 1 мкл.

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

Мерные колбы, ГОСТ 1770-74, емкость 25, 50 мл.

#### 4. Проведение измерения

##### Условия отбора проб воздуха

Воздух аспирируют со скоростью 0,5 л/мин через два поглотительных сосуда с 5 мл этилового спирта в каждом при охлаждении льдом.

Для определения 1/2 ПДК и ниже достаточно отобрать 8 л воздуха в течение 16 минут.

##### Условия анализа

Для приготовления насадки берут силиконовый эластомер в количестве 3% от веса носителя, растворяют в хлороформе и полученным раствором заливают твердый носитель. Хлороформ испаряют при осторожном перемешивании смеси с помощью стеклянной палочки. Остатки растворителя удаляют при нагревании в термоостате с температурой 50-60<sup>0</sup>С. Приготовленным сорбентом заполняют колонку и кондиционируют ее при температуре 240<sup>0</sup>С в течение 8-10 часов.

Содержимое поглотительных соудов сливают вместе в фарфоровую чашку и упаривают на водяной бане /температура ~ 50<sup>0</sup>С/ до объема 0,2-0,3 мл. Остаток переносят в пробирку с круглым дном и упаривают до суши. К сухому остатку приливают 0,2 мл гексана или

хлороформа и закрывают пробкой. Для анализа берут I мкл раствора и хроматографируют при следующих условиях:

Температура колонки для ДБФ и ДБС	$180^{\circ}\text{C}$
для ДОФ и ДОА	$220^{\circ}\text{C}$
Температура испарителя	$240^{\circ}\text{C}$
Расход газа-носителя	60 мл/мин
Расход водорода	45 мл/мин
Расход воздуха	300 мл/мин
Масштаб шкалы электрометра	$5 \cdot 10^{-11}$
Скорость протяжки ленты	200 мм/ч
Время удерживания: ДБФ	5 мин 32 с
ДБС	9 мин 50 с
ДОА	3 мин 3 с
ДОФ	6 мин 6 с.

Анализ проводят при 2-х режимах температуры. Вначале при температуре  $180^{\circ}$  определяют ДБФ и ДБС. Затем температуру повышают до  $220^{\circ}$ , вновь вводят I мкл пробы и определяют ДОФ и ДОА.

Количественное определение проводят методом абсолютной калибровки с помощью стандартных растворов с концентрацией: ДБФ от 5 до 100 мкг/мл, ДОФ и ДОА от 10 до 100 мкг/мл, ДБС от 20 до 100 мкг/мл. Для каждого вещества готовят по 4-5 стандартных растворов. Для анализа берут по I мкл и хроматографируют в тех же условиях, что и пробы. Расчет хроматограмм проводят по площади пика. По полученным данным строят градуировочный график зависимости площади пика /см<sup>2</sup>/ от количества вещества /мкг/.

Концентрацию веществ /X/ в мг/м<sup>3</sup> воздуха вычисляют по формуле:

$$X = \frac{g \cdot V_1}{V \cdot V_{2c}}, \quad \text{где}$$

$y$  – количество вещества, найденное по графику, мкг;

$V_i$  – общий объем пробы после упаривания, мл;

$y$  – объем пробы, взятый для анализа, мл;

$V_{lo}$  – объем воздуха /л/, взятый для анализа и приведенный к стандартным условиям.

## 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.

$t^{\circ}$  - 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**

<b>Методические указания</b>	<b>Учреждение, представившее методическое указание</b>
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 <sup>g</sup> 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
Полярографическое 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
Полярографическое 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

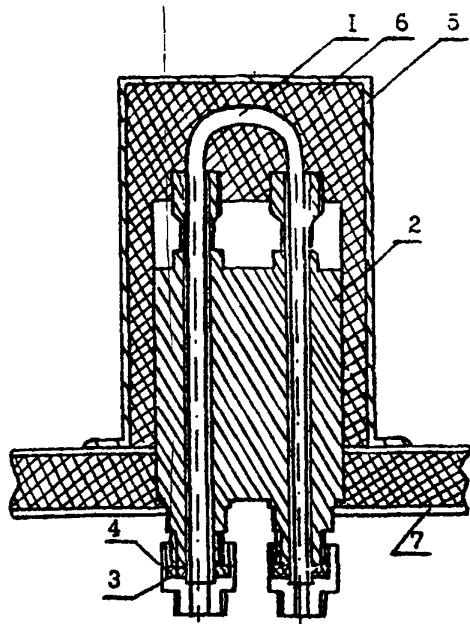


Рис.1. Общий вид установки реактора в испаритель.  
 1 - реактор, 2 - испаритель, 3 - букса,  
 4 - штуцер, 5 - кожух испарителя,  
 6 - шлаковата, 7 - крышка блока анализа-

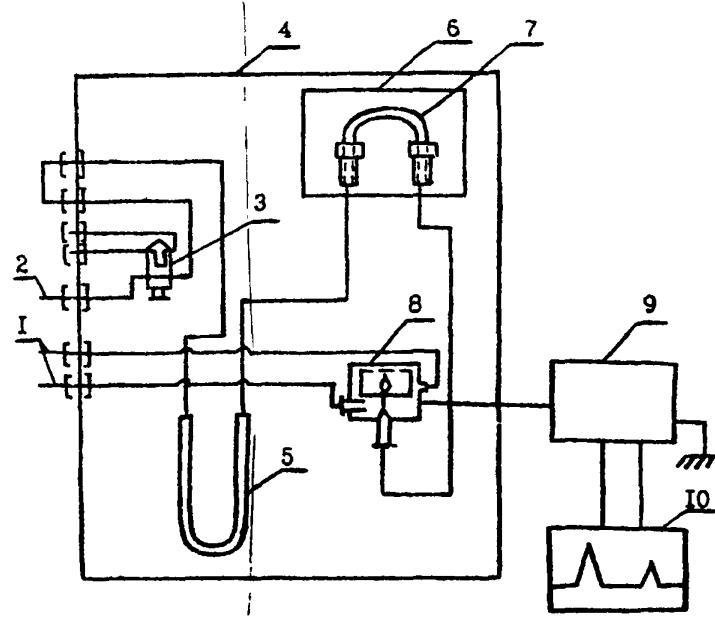


Рис.2. Схема подключения реактора.  
 1 - подача воздуха, 2 - подача водорода,  
 3 - кран-дозатор, 4 - блок анализатора,  
 5 - хроматографическая колонка, 6 - кожух  
 с теплоизоляционным материалом, 7 - реактор,  
 8 - детектор, 9 - усилитель, 10 - потенциометр.

## 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