

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

---

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

Выпуск XVIII

Москва, 1983 г.

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

---

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ  
В ВОЗДУХЕ

Выпуск XVIII

Москва, 1983 г.

Сборник методических указаний составлен методической секцией по промышленно - санитарной химии при проблемной комиссии "Научные основы гигиены труда и профессиональной патологии".

Выпуск XVIII

Настоящие методические указания распространяются на определение содержания вредных веществ в воздухе промышленных помещений при санитарном контроле.

Редакционная коллегия : Мельникова Л.В., Беляков А.А.,  
Бабина И.Д., Овечкин В.Г.

## УТВЕРЖДАЮ

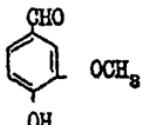
Заместитель Главного государственного санитарного врача СССР

*Ю.С.С.* А.И. ЗАЙЧЕНКО  
"21" декабря 1983 г.

№ 2413-83

## МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

## ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВАНИЛИНА В ВОЗДУХЕ

 $M = 152,14$ 

Ванилин - /4-окси-3-метокомбензальдегид/ - бесцветные игольчатые кристаллы с запахом ванили, т.пл. 81-83°, легко растворим в спирте, эфире, хлороформе, уксусной кислоте.

Агрегатное состояние - пары и аэрозоль.

## I. Общая часть

1. Определение основано на реакции конденсации ванилина с резорцином в сернокислой среде. В результате реакции образуется соединение, окрашенное в розовый цвет. Содержание ванилина определяют фотометрически.

2. Предел обнаружения - 1 мкг в 4 мл анализируемого объема пробы.

3. Предел обнаружения в воздухе  $0,25 \text{ мг}/\text{м}^3$  (при отборе 12 л воздуха).

4. Диапазон измеряемых концентраций  $0,25\text{--}14 \text{ мг}/\text{м}^3$ .

5. Погрешность определения  $\pm 17\%$ .

6. Определению не мешают гваяков, дихлоретан, толуол.

7. Предельно допустимая концентрация ванилина в воздухе 1,5 мг/м<sup>3</sup>.

## II. Реактивы и аппаратура

### 8. Применяемые реагенты и растворы.

Ванилин, т.пл. 81.

Стандартный раствор ванилина № 1. Готовят растворением 25–30 мг ванилина в ледяной уксусной кислоте в мерной колбе на 25 мл.

Стандартный раствор № 2 с содержанием 10 мкг/мл. Готовят соответствующим разбавлением раствора № 1 ледяной уксусной кислотой. Раствор устойчив более 7 суток.

Кислота уксусная, ГОСТ 61–75, ледяная.

Резорцин, ГОСТ 9945–62, чда, свежеприготовленный 2% раствор в уксусной кислоте.

Кислота серная, ГОСТ 4204–77 хч, концентрированная.

Кислота азотная, ГОСТ 4461–77, разбавленная 1:3 (по объему).

Силикагель, марки КСК или КСМ зернением 0,5–1 мм. Силикагель предварительно кипятят 1 ч с азотной кислотой, промывают водой до нейтральной реакции и активируют при 140–150°C, в течение 1 ч.

### 9. Применяемая посуда и приборы.

Аспирационное устройство.

Пробирки колориметрические, из бесцветного стекла высотой 120 мм, и скосленные с внутренним диаметром 15 мм.

Пипетки, ГОСТ 20292–74, вместимостью 1,2 и 5 мл.

Фильтродержатели.

Стеклянные трубы с пористой пластинкой № 2 диаметром 5–6 мм. Трубка со стороны входного отверстия сгибается под углом 45° (см. рис. 1).

Фотоэлектроколориметр.

Поглотительные сосуды Рыхтера малые.

Фильтры бумажные "синяя лента".

### Ш. Отбор пробы воздуха

10. Воздух со скоростью 2-3 л/мин протягивают через стеклянную трубку с пористой пластинкой, содержащую 250-300 мг силикагеля или через патрон с бумажным фильтром и посоледовательно соединенный поглотительный сосуд с 4 мл уксусной кислоты.

Для определения концентраций на уровне 1/2 предельно допустимой следует отобрать 5 л воздуха. Пробы сохраняются более 3-х суток.

### II. Описание определения

II. Силикагель высипают в колометрическую пробирку, трубку промывают над пробиркой 4 мл уксусной кислоты и, периодически встряхивая, оставляют на 30 мин. Затем делают повторную экстракцию. Экстракты объединяют.

Фильтр помещают в колориметрическую пробирку, заливают 4 мл уксусной кислоты и, периодически встряхивая, оставляют на 20 мин. Затем содержимое поглотительных сосудов и экстракт объединяют.

На анализ отливают 2,8 мл раствора, добавляют 0,2 мл 2% раствора резорцина и 1 мл концентрированной серной кислоты. Через 10 мин окрашенные растворы фотометрируют в кювете с толщиной слоя 10 мм при длине волны 533 нм.

Содержание ванилина в пробе определяют по градуировочному графику. Для построения градуировочного графика готовят шкалу стандартов, согласно табл. 25.

Шкала стандартов

Таблица 25

Номер стандарта	Стандартный раствор № 2, мл	Уксусная кислота, мл	Содержание ванилина мкг
1	0	2,8	0
2	0,1	2,7	1,0
3	0,2	2,6	2,0
4	0,5	2,3	5,0
5	1,0	1,8	10,0
6	1,5	1,3	15,0
7	2,0	0,8	20,0
8	2,5	0,3	25,0

Все пробирки шкалы обрабатывают аналогично пробам, измеряют оптические плотности и строят график. Окрашенные растворы устойчивы 2,5 ч.

Концентрацию ванилина в миллиграммах на 1 м<sup>3</sup> воздуха (Х) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G \cdot V}{V \cdot V_{20}} \text{, где}$$

G - количество вещества, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг.

V - общий объем пробы, мл.

V - объем пробы взятый для анализа, мл.

V<sub>20</sub> - объем воздуха, л, отобранный для анализа, приведенный к стандартным условиям по формуле (см. приложение I).

## Приложение I

Приведение объема воздуха к стандартным условиям проводят по следующей формуле:

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

$V_t$  - объем воздуха, отобранный для анализа, л

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

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

Для удобства расчета  $V_{20}$  следует пользоваться таблицей коэффициентов (приложение 2). Для приведения воздуха к стандартным условиям надо умножить  $V_t$  на соответствующий коэффициент.

## Приложение 2

## КОЭФФИЦИЕНТЫ

для приведения объема воздуха к стандартным условиям: температура +20<sup>0</sup>С и атмосферное  
давление 101,33 кПа

°C	Давление Р, кПа										
	97,33	97,86	98,4	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,I158	I,I218	I,I278	I,I338	I,I399	I,I460	I,I490	I,I551	I,I611
-14	I,0866	I,0926	I,0986	I,1045	I,1105	I,1164	I,1224	I,1284	I,1313	I,1373	I,1432
-10	I,0701	I,0760	I,0819	I,0877	I,0936	I,0994	I,1053	I,1112	I,1141	I,1200	I,1258
-6	I,0540	I,0599	I,0657	I,0714	I,0772	I,0829	I,0887	I,0945	I,0974	I,1032	I,1039
-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,0021	I,0074	I,0128	I,0183	I,0209	I,0263	I,0316
+18	0,9671	0,9828	0,9778	0,9850	0,9884	0,9936	0,9989	I,0043	I,0069	I,0122	I,0175

C	Давление Р, кПа										
	97,33	97,86	98,4	98,93	99,46	100	100,53	101,06	101,33	101,86	102,40
+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	0,9482	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

221

### Приложение 3

Рисунки к сборнику № 18 "Методические указания по методам определения вредных веществ в воздухе".

Рис.1 Стеклянная трубка с пористой пластинкой.

Рис.2 Схема динамического диффузионного дозатора:

- 1 - сатуриатор.
- 2 - тройник - капилляр.
- 3 - капиллярная колонка.
- 4 - сборник.

Рис.3 Концентрационная трубка:

- 1 - стеклянная сетка, вставленная в трубку.
- 2 - стекловата.
- 3 - адсорбент.

Рис.4 Патрон плексигласовый для отбора проб воздуха:

- 1 - штуцер.
- 2 - ниппель
- 3, 5 - кольцо
- 4 - фильтр

Рис.5 Схема установки для отбора пробы воздуха:

- 1 - сорбционная трубка
- 2 - перфорированная перегородка с отверстиями  $d=0,8\text{мм}$ .
- 3 - Г - образная стеклянная переходная трубка.
- 4 - поглотительные сосуды Рихтера.
- 5 - резиновые муфты.

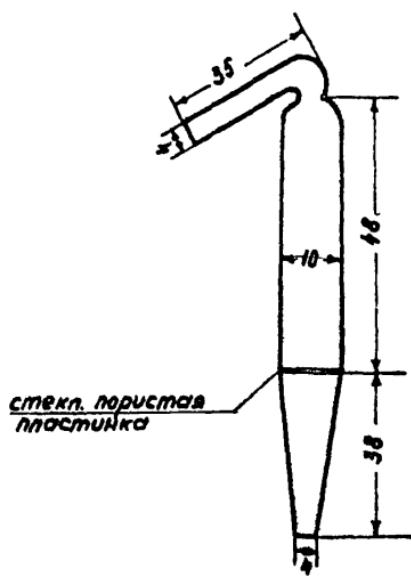


Рис. I. Стеклянная трубка с пористой пластинкой для отбора проб воздуха

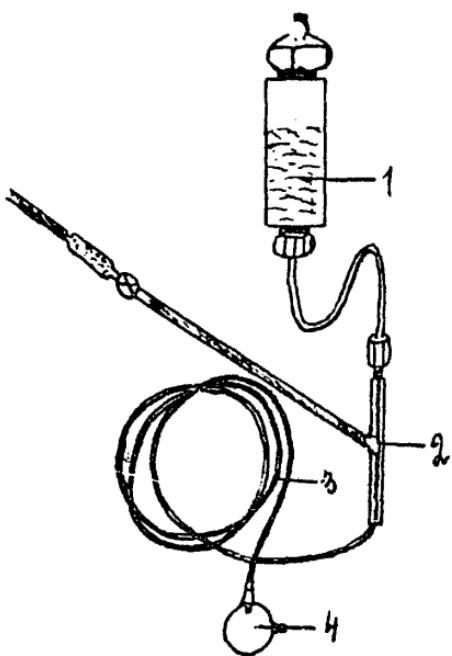


Рис. 2. Схема динамического диффузионного дозатора.

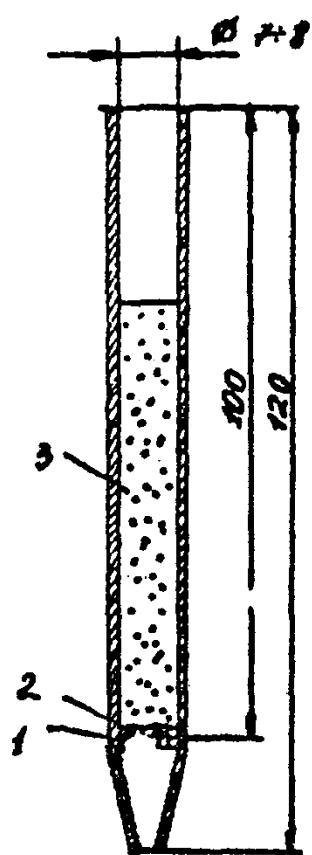


Рис.3. Концентрационная трубка

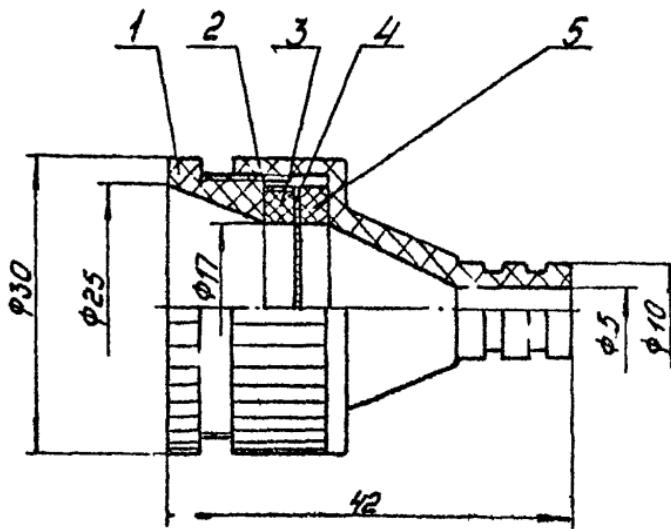


Рис. 4 Патрон плексигласовый  
для отбора проб воздуха.

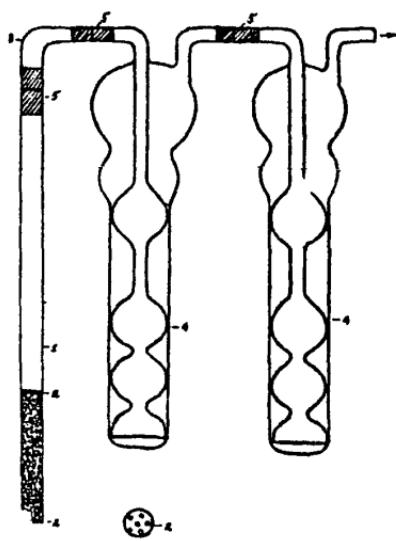


Рис. 5. Схема установки для отбора пробы воздуха.

Приложение 4

ПЕРЕЧЕНЬ

учреждений, представивших методические указания в данный сборник

№/п	Методические указания	Учреждение, представившее методическое указание
1	Методические указания по газохроматографическому определению бальзама лесного "А" в воздухе	Белорусский санитарно-гигиенический институт
2	Методические указания по методам определения вернами в воздухе	Киевский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
3	Методические указания по газохроматографическому определению гексахлорбензола в воздухе	Горьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
4	Методические указания по газохроматографическому определению гексафторида серы в воздухе	НИИ гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР
5	Методические указания по хроматографическому определению 4,4'-диодифенил-бис-малеимида в воздухе	ГорСЭС г.Москвы
6	Методические указания по газохроматографическому определению 2,3-дихлорпропена в воздухе	Новосибирский НИИ гигиены
7	Методические указания по газохроматографическому определению дихлорэтана, псевдокумола, моно- и дихлорметил-псевдокумола в воздухе	Горьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
8	Методические указания по газохроматографическому определению изооутилового спирта в воздухе	Институт биофизики Минздрава СССР, г. Москва
9	Методические указания по газохроматографическому определению изомеров хлортолуола в воздухе	НИИ гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР
10	Методические указания по газохроматографическому определению метил-трет-бутилового эфира в воздухе	Ярославский НИИ изомеров для СК
11	Методические указания по газохроматографическому определению метилтолуолата, динила и димстилтерефталата в воздухе	Белорусский санитарно-гигиенический институт

12	Методические указания по газохроматографическому определению метилренилдиметоксисилана в воздухе	СЭС г.Данков
13	Методические указания по газохроматографическому определениюmono-нитронафтилана и изомеров I,5 и I,8-дикнитронафтилана в воздухе	ИИИ гигиени труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР
14	Методические указания по хроматографическому определению пиридона и нитропиридона в воздухе	-"-
15	Методические указания по газохроматографическому определению процинонового альдегида в воздухе	ВНИИ нефтехим, г.Ленинграда
16	Методические указания по методам определения ФДН в воздухе	Киевский НИИ гигиени труда и профзаболеваний
17	Методические указания по газохроматографическому определению фосфорорганических пестицидов (карбофос, метафос, метилнитрофос, брофос, трихлорметарос - 3, циадал, цианоко в воздухе)	ВНИИГИТОКС
18	Методические указания по газохроматографическому определению бурана, тетрагидробурана и сильвана в воздухе	Узбекский НИИ санитарии, гигиени и профзаболеваний
19	Методические указания по газохроматографическому определению хлоризопрена, хлорметилбутена и дихлометилбутена в воздухе	Научно-производственное объединение "НАИРИТ"
20	Методические указания по хроматографическому определению холинхлорида в воздухе	Киевский НИИ гигиени труда и профзаболеваний
21	Методические указания по газохроматографическому определению циодрина в воздухе	ВНИИГИТОКС
22	Методические указания по газохроматографическому определению эпихлоргидрина (ЭХГ) в воздухе	Ростовский медицинский институт
23	Методические указания по спектрографическому определению алюминия, ванадия, кремния, лития, меди, никеля, олова, сурьмы, титана, хрома, цинка и их неорганических соединений в воздухе	Горьковский НИИ гигиени труда и профзаболеваний

24	Методические указания по спектрографическому определению хрома, никеля, кобальта, железа, марганца, алюминия, молибдена, меди, титана и вольфрама в воздухе	Институт охраны труда ВЦСПС (г.Москва)
25	Методические указания по фотометрическому определению алюмосиликата бария в воздухе	Первый Московский мединститут
26	Методические указания по фотометрическому определению акролеина в воздухе	Штаб военизированных горноспасательных частей Урала г.Свердловск
27	Методические указания по фотометрическому определению арсенида галлия в воздухе	Первый Московский мединститут
28	Методические указания по фотометрическому определению ББК в воздухе	Ленинградский санитарно-гигиенический мединститут
29	Методические указания по фотометрическому определению бромбензантрона и дибромбензантрона в воздухе	Харьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
30	Методические указания по фотометрическому определению ванилина в воздухе	Горьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
31	Методические указания по фотометрическому определению гвайакола в воздухе	" - "
32	Методические указания по фотометрическому определению диалкилфталата в воздухе	НИИ гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР
33	Методические указания по спектрофотометрическому определению дилуцина в воздухе	Рижский мединститут
34	Методические указания по фотометрическому определению димера метилцикло-пентадиена в воздухе	НИИ гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР
35	Методические указания по фотометрическому определению 3,5-динитро-4-хлорбензойной кислоты в воздухе	Подсекция "Промышленно-санитарная химия"
36	Методические указания по фотометрическому определению метилового эфира метоксикусной кислоты в воздухе	НИИ гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР

37	Методические указания по фотометрическому определению монометакрилата пропиленгликоля в воздухе	Горьковский НИИ гигиени труда и профзаболеваний
38	Методические указания по фотометрическому определению монохлорметил-псевдокумола в воздухе	Горьковский НИИ гигиени труда и профзаболеваний
39	Методические указания по фотометрическому определению озона в воздухе	Ленинградский НИИ гигиени труда и профзаболеваний
40	Методические указания по фотометрическому определению о-оксибензилового спирта в воздухе	Харьковский НИИ гигиени труда и профзаболеваний
41	Методические указания по фотометрическому определению I-оксизтилидендифосфоновой кислоты, тринатриевой соли оксизтилидендифосфоновой кислоты и нитрилотриметиленфосфоновой кислоты в воздухе	ВНИИ "ИРГА" г.Москва
42	Методические указания по спектрофотометрическому определению пирена в воздухе	Свердловский НИИ гигиени труда и профзаболеваний
43	Методические указания по фотометрическому определению рифамицина в воздухе	ВНИИ антибиотиков
44	Методические указания по фотометрическому определению фосфиноксида разнорадикального $C_5 - C_9$ и триизомильфосфиноксида в воздухе	Саратовский медицинский институт
45	Методические указания по фотометрическому определению фуразолидона в воздухе	Рижский медицинский институт
46	Методические указания по фотометрическому определению этилового эфира цианакусной кислоты в воздухе	НИИ гигиени труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР
47	Методические указания по титрометрическому определению ксантофенатов в воздухе	Армянский НИИ общей гигиени и профзаболеваний

## СОДЕРЖАНИЕ

Методические указания по газохроматографическому определению бальзама лесного "А" в воздухе .....	3
Методические указания по методам определения вернама в воздухе .. . . . .	6
Методические указания по газохроматографическому определению 1,3-хексахлорбензола в воздухе .. . . .	15
Методические указания по газохроматографическому определению гексафторида серы в воздухе. . . . .	19
Методические указания по хроматографическому определению 4,4-дитиодифенил-бис-изаленида в воздухе .. . . . .	22
Методические указания по газохроматографическому определению 2,3-дихлорпропена в воздухе . . . . .	26
Методические указания по газохроматографическому определению дихлорэтана, псевдокумола,mono- и дихлорметил-псевдокумола в воздухе . . . . .	30
Методические указания по газохроматографическому определению изобутилового спирта в воздухе . . . . .	37
Методические указания по газохроматографическому определению изомеров длородуола в воздухе . . . . .	41
Методические указания по газохроматографическому определению метил-третбутилового эфира в воздухе .	45
Методические указания по газохроматографическому определению метилтолуилата, дихлора и диметилтерефталата в воздухе . . . . .	50
Методические указания по газохроматографическому определению метиленилдиметоксисклана в воздухе .	56
Методические указания по газохроматографическому определению моно-нитронапталина и изомеров 1,5- и 1,8-дinitронафталина в воздухе . . . . .	60
Методические указания по хроматографическому определению пиридона и нитропиридона в воздухе . .	65
Методические указания по газохроматографическому определению промонового альдегида в воздухе . . .	70
Методические указания по методам определения ФДН в воздухе . . . . .	75
Методические указания по газохроматографическому определению фосфорорганических пестицидов (карбофос, метафос, метилнитрофос, бромофос 3, цианал, цианокс) в воздухе . . . . .	83

Методические указания по газохроматографическому определению фурана, тетрагидрофурана и сильвана в воздухе . . . . .	89
Методические указания по газохроматографическому определению хлоризопрена, хлорметилбутина и дихлорметилбутина в воздухе . . . . .	94
Методические указания по хроматографическому определению холинахлорида в воздухе . . . . .	98
Методические указания по газохроматографическому определению циодрина в воздухе . . . . .	103
Методические указания по газохроматографическому определению этилхоргидрина (ЭХГ) . . . . .	108
Методические указания по спектрографическому определению алюминия, ванадия, кремния, лития, магния, меди, никеля, олова, сурьмы, титана, хрома, тока и их органических соединений в воздухе . . . . .	112
Методические указания по спектрографическому определению хрома, никеля, кобальта, железа, марганца, алюминия, молибдена, меди, титана и вольфрама в воздухе . . . . .	118
Методические указания по фотометрическому определению алюмосиликата бария в воздухе . . . . .	126
Методические указания по фотометрическому определению акролеина в воздухе . . . . .	130
Методические указания по фотометрическому определению арсенида галлия в воздухе . . . . .	134
Методические указания по фотометрическому определению БВК в воздухе . . . . .	139
Методические указания по фотометрическому определению бромбензантрона и дигромбензантрона в воздухе . . . . .	144
Методические указания по фотометрическому определению ванилина в воздухе . . . . .	148
Методические указания по фотометрическому определению гваяколя в воздухе . . . . .	152
Методические указания по фотометрическому определению диалкилпиратала в воздухе . . . . .	156
Методические указания по спектрофотометрическому определению дидудина в воздухе . . . . .	159
Методические указания по фотометрическому определению димера метилциклооктадиена в воздухе . . . . .	163

Методические указания по фотометрическому определению 3,5-динитро-4-хлорбензойной кислоты в воздухе . . . . .	166
Методические указания по фотометрическому определению метилового эфира метоксикусусной кислоты в воздухе . . . . .	169
Методические указания по фотометрическому определению монометакрилата пропиленгликоля в воздухе . . . . .	173
Методические указания по фотометрическому определению монохлорметилцисвдокумола в воздухе . . . . .	177
Методические указания по фотометрическому определению озона в воздухе . . . . .	181
Методические указания по фотометрическому определению о-оксибензилового спирта в воздухе . . . . .	186
Методические указания по фотометрическому определению 1-оксиэтилidenдифосфоновой кислоты, тринатриевої соли оксиэтилidenдифосфоновой кислоты и нитрилтриметиленфосфоновой кислоты в воздухе . . . . .	189
Методические указания по спектрофотометрическому определению пирена в воздухе . . . . .	194
Методические указания по фотометрическому определению рифампицина в воздухе . . . . .	198
Методические указания по фотометрическому определению фосфиноксида разнорадикального $C_5 - C_9$ и тризоамилфосфиноксида в воздухе . . . . .	202
Методические указания по фотометрическому определению фуразолидона в воздухе . . . . .	207
Методические указания по фотометрическому определению этилового эфира панкусусной кислоты в воздухе . . . . .	211
Методические указания по титриметрическому определению ксантогенатов в воздухе . . . . .	215
Приложение 1. Формула для приведения объема воздуха к стандартным условиям . . . . .	218
Приложение 2. Таблица коэффициентов для приведения объема воздуха к стандартным условиям . . . . .	219
Приложение 3. Висунки к сборнику № 18 . . . . .	221
Приложение 4. Перечень учреждений, представивших методические указания в данный сборник . . . . .	227

Л-72444 от 14.06.83г. Зак. I596 Тип. III6°  
Типография Министерства Здравоохранения СССР.