

Выпуск XVIII

© 2004 Blackwell Publishing Ltd

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

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

Выпуск XVIII

Москва, 1983 г.

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

Выпуск XIII

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

Редакционная коллегия : Мельникова Л.В., Боляков А.А.,
Бабина М.Д., Овечкин В.Г.

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР

А.И. ЗАИЧЕНКО

" 21 " сентября 1983 г.

№ 2701-83

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ОПРЕДЕЛЕНИЮ ИЗОМЕРОВ ХЛОРТОЛУОЛА
В ВОЗДУХЕ

Хлортолуолы ($C_6H_4CH_3$) - не растворимы в воде, хорошо растворимы в этиловом спирте, диэтиловом эфире, бензоле и хлорформе. Физико-химические свойства изомеров хлортолуола приведены в табл. 5

Таблица 5

Физико-химические свойства веществ.

Вещество	Структурная формула	М	Плотность г/см ³	Т. кип. ⁰ С	Т. пл. ⁰ С
О-хлортолуол	$H_3C - \text{C}_6H_4$	126,59	1,0817	159,5	-3,1
п-хлортолуол	$H_3C - \text{C}_6H_4 - Cl$	"	1,0697	162,4	7,5
м-хлортолуол	$H_3C - \text{C}_6H_4$	"	1,0722	161,6	-

I. Общая часть

1. Метод основан на использовании газо-жидкостной хроматографии на приборе с пламенно-ионизационным детектором. Выбор проб без концентрирования.

2. Предел обнаружения 0,012 мкг в анализируемом объеме пробы.
3. Предел обнаружения в воздухе 2,5 мг/м³, (при вводе 5 мл воздуха).
4. Погрешность определения $\pm 15\%$.
5. Диапазон измеряемых концентраций 2,5 - 10 мг/м³.
6. Бетэол, толуол не мешают определению.
7. Предельно допустимые концентрации 0- и п-хлортолуола - 10 мг/м³.

II. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые растворы и реактивы.

о-Хлортолуол с т.кип. - 159,5°, п-хлортолуол, т.кип. - 162,4°.

м-Хлортолуол, т.кип. 161,6°C.

Газообразный азот и воздух, в баллонах с редукторами.

Твердый носитель - Хроматон М-АВ-ДМС, фракция 0,2-25 мм.

Жидкая фаза-полифенилметилсилоксан - 4 (ПФМС-4).

Хлороформ, ГОСТ 215-74, х.ч.

9. Применяемые посуда и приборы.

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором типа "Цвет-100".

Шприц ветеринарный вместимостью 100 мл

Шприц медицинский вместимостью 5 и 1 мл.

Микрошприц - МШ-10.

Секундомер.

Лупа измерительная.

III. Отбор пробы воздуха

10. Отбор проб воздуха проводят шприцем, вместимостью 100 мл.

Шприц предварительно продувают 5-10 раз исследуемым воздухом.

Поршень шприца смазывать не следует.

После отбора пробы на шприц надевают иглу, отверстие которой закрывают пробкой.

Пробы хранят при комнатной температуре не более 3,5 часов.

IV. Описание определения

II. 20 мл хроматона *N-AW* -ДМС (фракция 0,2-0,25 мм) взвешивают на технических весах в фарфоровой чашке и растворяют его раствором ПМС-4 (5% от веса носителя) в хлорформе. При осторожном перемешивании испаряют хлорформ на водяной бане. Окончательно высушивают сорбент в сушильном шкафу при температуре 60-80 °C до отсутствия запаха хлороформа и хранят в закрытой колбе. Заполняют колонки механические. Прибор для анализа готовят согласно инструкции. Ввод проб производится через самую тонкую мембрану.

Условия анализа:

Длина колонки	2 м
Диаметр колонки	3 мм
Неподвижная фаза	5% ПМС-4
Твердый носитель	Хроматон <i>N-AW</i> - ДМС (0,2-0,25 мм)
Температура колонки	120 °C
Температурный режим	изотермический
Температура испарителя	170 °C
Газ - переноситель	азот
Скорость газа-носителя	50 мл/мин
Давление	30 атм
Скорость воздуха	20 л/ч
Скорость водорода	2 л/ч

Скорость диаграммной ленты	240 мм/ч
Объем пробы	0 мл
Продолжительность анализа	55 с

Для приготовления градуировочных смесей сумму изомеров хлортолуолов или индивидуальное вещество в объеме 10 мкл взвешивают в микрошприце и вводят в 1-2-4 мл четыреххлористого углерода. Массу хлортолуолов определяют по разности масс микрошприца, заполненного хлортолуолом, и микрошприца без вещества. Из приготовленного раствора хлортолуола в четыреххлористом углероде отбирают 10 мкл и вводят в шприц, вместимостью 100 мл, заполненный чистым воздухом. Смесь выстаивается 50 мин. Затем из приготовленной газообразной смеси отбирают 1 мл и вводят в шприц на 100 мл, заполненный чистым воздухом. Через 30 мин смесь готова к градуировке, 5 мл воздушной смеси вводится в хроматограф и проводится определение как описано выше. Строят график зависимости высоты пика от концентрации вещества, $\text{мг}/\text{м}^3$.

Концентрацию суммы изомеров хлортолуола или индивидуальных веществ в $\text{мг}/\text{м}^3$ (X) определяют по графику.

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, °С

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

КОЭФФИЦИЕНТЫ

для приведения объема воздуха к стандартным условиям: температура $+20^{\circ}\text{C}$ и атмосферное давление 101,33 кПа

$^{\circ}\text{C}$	Давление P, кПа										
	97,33	97,86	98,4	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	1,1039
- 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	1,0021	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

°C	Давление P, кПа										
	97,33	97,86	98,4	98,93	99,46	100	100,53	101,06	101,53	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

22.1

Приложение 3

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

Рис.1 Стекло́нная тру́бка с пористой пластинкой.

Рис.2 Схема динамического диффузионного дозатора:

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

Рис.3 Концентрационная трубка:

- 1 - стеклянная сетка, впаянная 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.

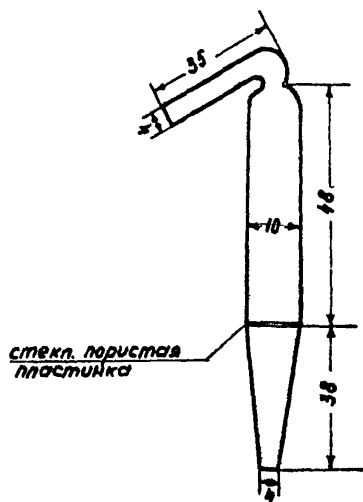


Рис. I. Стеклянная трубка с пористой пластинкой
для отбора проб воздуха

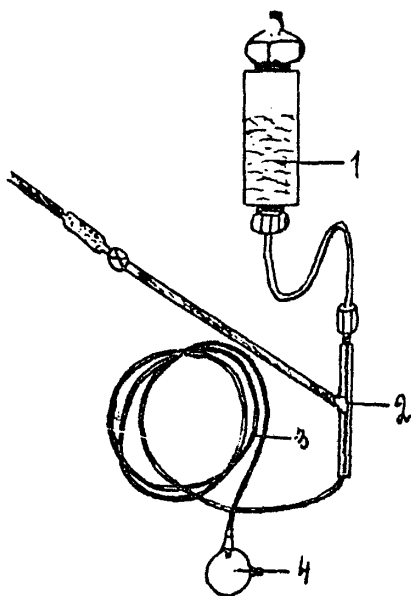


Рис. 2. Схема динамического диффузионного дозатора.

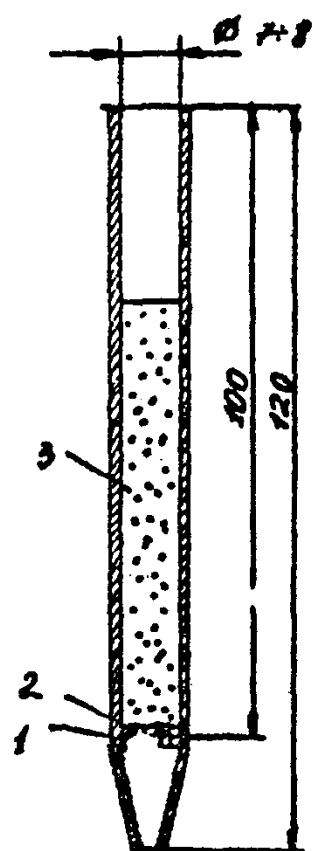


Рис.3. Концентрационная трубка

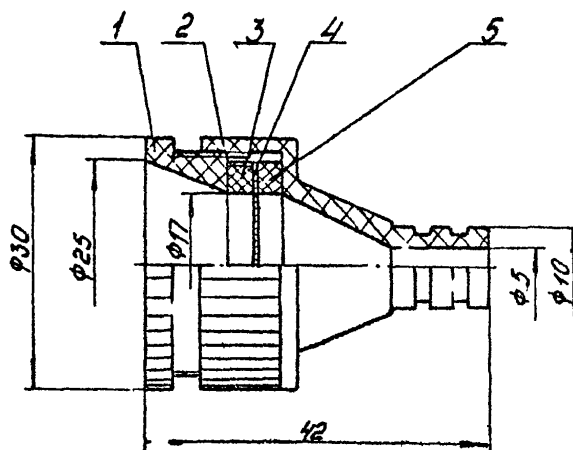


Рис. 4 Патрон плексигласовый
для отбора проб воздуха.

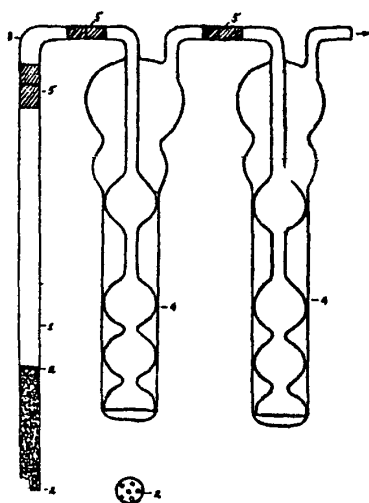


Рис. 5. Схема установки для отбора пробы воздуха.

Приложение 4

ПЕРЕЧЕНЬ

учреждений, представивших методические указания в данный
сборник

№ п/п	Методические указания	Учреждение, представившее методическое указание
I	Методические указания по газохромато-графическому определению бальзама лесного "А" в воздухе	Белорусский санитарно-гигиенический институт
2	Методические указания по методам определения вернама в воздухе	Киевский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
3	Методические указания по газохромато-графическому определению гекса-хлорбензола в воздухе	Горьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
4	Методические указания по газохромато-графическому определению гексафторида серы в воздухе	НИИ гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР
5	Методические указания по хроматографическому определению 4,4-дифенил-бис-малеимида в воздухе	ГорСЭС г.Москвы
6	Методические указания по газохромато-графическому определению 2,3-д.хлорпропена в воздухе	Новосибирский НИИ гигиены
7	Методические указания по газохромато-графическому определению дихлорэтана, псевдокумола, моно- и дихлорметилпсевдокумола в воздухе	Горьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
8	Методические указания по газохромато-графическому определению изосутилового спирта в воздухе	Институт биофизики Минздрава СССР, г. Москва
9	Методические указания по газохромато-графическому определению изомеров хлортолуола в воздухе	НИИ гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР
10	Методические указания по газохромато-графическому определению метилтрет-бутилового эфира в воздухе	Ярославский НИИ мономеров для СК
II	Методические указания по газохромато-графическому определению метилтолуилата, динила и диметилтерефталата в воздухе	Белорусский санитарно-гигиенический институт

- | | | |
|----|---|---|
| 12 | Методические указания по газохромато-
графическому определению метилфенил-
диметоксисилана в воздухе | СЭС г.Данков |
| 13 | Методические указания по газохромато-
графическому определению моно-нитро-
нафталина и изомеров 1,5 и 1,8 -
динитронафталина в воздухе | НИИ гигиены труда и
профзаболеваний Акаде-
мии медицинских наук
СССР |
| 14 | Методические указания по хроматогра-
фическому определению пиридона и
нитропиридона в воздухе | -"- |
| 15 | Методические указания по газохрома-
тографическому определению пропионо-
вого альдегида в воздухе | ВНИИ нефтехим,
г.Ленинграда |
| 16 | Методические указания по методам
определения ФДН в воздухе | Киевский НИИ гигиены
труда и профзаболева-
ний |
| 17 | Методические указания по газохромато-
графическому определению фосфорорга-
нических пестицидов (карбофос, мета-
фос, метилнитрофос, бромфос, трихлор-
метатфос - 3, цидиал, цианокс в воз-
духе) | ВНИИГИНТОКС |
| 18 | Методические указания по газохромато-
графическому определению фурана, тет-
рагидрофурана и сальвана в воздухе | Узбекский НИИ санита-
рии, гигиены и проф-
заболеваний |
| 19 | Методические указания по газохромато-
графическому определению хлоризопрена,
хлорметилбутена и дихлорметилбутена
в воздухе | Научно-производственное
объединение "НАИРИТ" |
| 20 | Методические указания по хроматографиче-
скому определению холинхлорида в
воздухе | Киевский НИИ гигиены
труда и профзаболева-
ний |
| 21 | Методические указания по газохромато-
графическому определению циодрина в
воздухе | ВНИИГИНТОКС |
| 22 | Методические указания по газохромато-
графическому определению эпихлоргидри-
на (ЭХГ) в воздухе | Ростовский медицин-
ский институт |
| 23 | Методические указания по спектрографиче-
скому определению алюминия, ванадия,
кремния, лития, меди, никеля, олова,
сурьмы, титана, хрома, цинка и их не-
органических соединений в воздухе | Горьковский НИИ гигие-
ны труда и профзаболе-
ваний |

- | | | |
|----|---|--|
| 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 алумосиликата 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 гваякола 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 дилупина в воздухе | Рижский мединститут |
| 34 | Методические указания по фотометрическому определению димера метилциклопентадиена 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 метоксиуксусной кислоты в воздухе | НИИ гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР |

- | | | |
|----|--|--|
| 37 | Методические указания по фотометрическому определению монохлоракрилата пропиленгликоля в воздухе | Горьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний |
| 38 | Методические указания по фотометрическому определению монохлорметилпсевдокумола в воздухе | Горьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний |
| 39 | Методические указания по фотометрическому определению озона в воздухе | Ленинградский НИИ гигиены труда и профзаболеваний |
| 40 | Методические указания по фотометрическому определению о-оксибензилового спирта в воздухе | Харьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний |
| 41 | Методические указания по фотометрическому определению I-оксиптилендифосфоновой кислоты, тринатриевой соли оксиптилендифосфоновой кислоты и нитрилотриметилфосфоновой кислоты в воздухе | ВНИИ "ИРКА" г.Москва |
| 42 | Методические указания по спектрофотометрическому определению пирена в воздухе | Свердловский НИИ гигиены труда и профзаболеваний |
| 43 | Методические указания по фотометрическому определению рифампицина в воздухе | ВНИИ антибиотиков |
| 44 | Методические указания по фотометрическому определению фосфиноксида разнорадикального $C_5 - C_9$ и триэтилфосфинооксида 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 циануксусной кислоты в воздухе | НИИ гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР |
| 47 | Методические указания по титриметрическому определению хсантогенатов в воздухе | Армянский НИИ общей гигиены и профзаболеваний |

СОДЕРЖАНИЕ

Методические указания по газохроматографическому определению балзама лесного "А" в воздухе	3
Методические указания по методам определения вер- нама в воздухе	6
Методические указания по газохроматографическому определению 1-хлорбензола в воздухе	15
Методические указания по газохроматографическому определению гексафторида серы в воздухе	19
Методические указания по хроматографическому определению 4,4-дитиодифенил-бис-малеида в воздухе	22
Методические указания по газохроматографическому определению 2,3-дихлорпропена в воздухе	26
Методические указания по газохроматографическому определению дихлорэтана, псевдокумола, моно- и дихлорметил-псевдокумола в воздухе	30
Методические указания по газохроматографическому определению изобутилового спирта в воздухе	37
Методические указания по газохроматографическому определению изомеров мортолуола в воздухе	41
Методические указания по газохроматографическому определению метил-третбутилового эфира в воздухе	45
Методические указания по газохроматографическому определению метилтолуилата, диэтила и диметилтере- фталата в воздухе	50
Методические указания по газохроматографическому определению метилфенилдиметоксисилана в воздухе	56
Методические указания по газохроматографическому определению моно-нитронафталина и изомеров 1,5- и 1,8-динитротронафталина в воздухе	60
Методические указания по хроматографическому определению пиридона и нитропиридона в воздухе	65
Методические указания по газохроматографическому определению пропенового альдегида в воздухе	70
Методические указания по методам определения ФДН в воздухе	75
Методические указания по газохроматографическому определению фосфорорганических пестицидов (кар- бофос, метафос, метилнитрофос, бромфос-З, цитиал, цианокс) в воздухе	83

Методические указания по газохроматографическому определению фурана, тетрагидрофурана и сивлана в воздухе	89
Методические указания по газохроматографическому определению хлоризопрена, хлорметилбутена и дихлорметилбутена в воздухе	94
Методические указания по хроматографическому определению хлоридов в воздухе	98
Методические указания по газохроматографическому определению циодрина в воздухе	103
Методические указания по газохроматографическому определению эпихлоргидрина (ЭХГ)	108
Методические указания по спектрографическому определению алюминия, ванадия, кремния, лития, магния, меди, никеля, олова, сурьмы, титана, хрома, железа 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 аллюмосиликата 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 дибромбензантрона в воздухе	144
Методические указания по фотометрическому определению венилина в воздухе	148
Методические указания по фотометрическому определению гваякола в воздухе	152
Методические указания по фотометрическому определению диалкилфталата в воздухе	156
Методические указания по спектрофотометрическому определению димидина в воздухе	159
Методические указания по фотометрическому определению димера метилдихлорэтилена в воздухе	163

Методические указания по фотометрическому определению 3,5-динитро-4-хлорбензойной кислоты в воздухе	166
Методические указания по фотометрическому определению метилового эфира метоксиуксусной кислоты в воздухе	169
Методические указания по фотометрическому определению монометакрилата пропиленгликоля в воздухе	173
Методические указания по фотометрическому определению монохлорметилпсевдокумола в воздухе	177
Методические указания по фотометрическому определению озона в воздухе	181
Методические указания по фотометрическому определению о-оксипензилового спирта в воздухе	186
Методические указания по фотометрическому определению 1-оксиэтилендифосфоновой кислоты, тринатриевой соли оксиэтилендифосфоновой кислоты и нитрилотриметилфосфоновой кислоты в воздухе	189
Методические указания по спектрофотометрическому определению пирена в воздухе	194
Методические указания по фотометрическому определению рифамицина в воздухе	198
Методические указания по фотометрическому определению фосфиноксида разнорадикального $C_5 - C_9$ и триизоамилфосфиноксида в воздухе	202
Методические указания по фотометрическому определению фуразолидона в воздухе	207
Методические указания по фотометрическому определению этилового эфира пануксусной 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

Д-72444 от 14.06.83г. Зак. 1596 Тир. 1160

Типография Министерства Здравоохранения СССР.