

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

А.И. ЗАГЕНКО

"21" августа 1983 г.

и 1696-33

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ОПРЕДЕЛЕНИЮ ГЕКСАХЛОРБЕНЗОЛА
В ВОЗДУХЕ

C_6Cl_6

M = 284,8

Гексахлорбензол - бесцветные, легко сублимирующиеся кристаллы, т.кип. 522°C, упругость пара при 20°C $1,089 \cdot 10^{-5}$ мм.рт.ст., нерастворим в воде и холодном спирте, растворим в горячем спирте, бензоле, хлороформе, сероуглероде.

Агрегатное состояние - аэрозоль.

Общая часть

1. Определение основано на использовании газожидкостной хроматографии с применением детекторов постоянной скорости рекомбинации (ДПР) и ионизационно-пламенного (ДИП). Отбор проб с концентрированием.

2. Предел обнаружения с применением ДПР - $5 \cdot 10^{-5}$ мкг, ДИП - $- 7 \cdot 10^{-3}$ мкг в анализируемом объеме пробы.

3. Предел обнаружения в воздухе $0,02 \text{ мг}/\text{м}^3$ (при отборе 5 л воздуха - ДПР) и $0,35 \text{ мг}/\text{м}^3$ (при отборе 40 л воздуха - ДИП).

4. Погрешность определения $\pm 1\%$.

5. Диапазон измеряемых концентраций $0,02$ - $2 \text{ мг}/\text{м}^3$ (ДПР) и $0,35$ - $5,0 \text{ мг}/\text{м}^3$ (ДИП).

6. Определению не мешают хлорированные производные бензола-хлорбензол, трихлорбензол, тетрахлорбензол, пентахлорбензол, гексахлоран.

7. Предельно допустимая концентрация гексахлорбензола в воздухе 0,9 мг/м³.

П. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые реактивы и растворы.

Гексахлорбензол с т.пл. 231°С, перекристаллизованный из бензола. Стандартный раствор гексахлорбензола с содержанием 1 мг/мл. Готовят растворением 25 мг вещества в бензоле в мерной колбе вместимостью 25 мл.

Стандартный раствор гексахлорбензола с содержанием 100 мкг/мл. Готовят соответствующим разбавлением бензолом исходного раствора. Растворы сохраняются более 7 суток.

Бензол ГОСТ 5951-75, хч.

Силикагель марки КСМ или КСК, очищенный. Силикагель с размером зерен 0,25–0,50 мм кипятят 1 ч с азотной кислотой /1:3/, промывают до нейтральной реакции и активизируют при 140–150°С.

Верный носитель хроматон- Super, фракция 0,16–0,2 мм

Неподвижная жидккая фаза – силиконовый эластомер JE-30

Азот "особой чистоты", азот, водород, воздух в баллонах с редукторами.

9. Применяемые приборы и посуда.

Хроматограф серии "Цвет-100" с детекторами постоянной скорости рекомбинации или ионизационно-пламенным.

Колонки стеклянные 2 м x 3 мм. .

Аспирационное устройство.

Стеклянные пробоотборные трубки с пористой пластинкой, см.рис.1

Пробирки колориметрические с притертыми пробками.

Пипетки, ГОСТ 20292-74, вместимостью 1,2,5 мл.

Колбы в резина, ГОСТ 1770-74, вместимостью 25 и 100 мл.

Микропризы МП-10,

III. Отбор пробы воздуха

10. Воздух со скоростью 5 л/мин аспирируют через стеклянную трубку с пористой пластинкой, содержащей 100-500 мг силикагеля. Для определения концентраций на уровне 1/2 предельно допустимой концентрации следует отобрать 5 л (ДПР) и 40 л (ДИШ) воздуха. Пробы сохраняются более 7 дней.

IV. Описание определения

II. Готовый сорбент, состоящий из хроматона-*super* с 5% SE-30, загружают в хроматографические колонки с помощью вакуума. Колонки кондиционируют, отключив предварительно от детектора, в токе азота при температуре 210°C в течение 6-7 ч.

Силикагель пробы высывают в пробирку с притертой пробкой, стеклянную трубку промывают 2 мл бензола и сливают в пробирку с силикагелем. 1 мл экстракта вводят в испаритель хроматографа через самоуплотняющуюся мембрану.

Условия анализа:

Длина колонки	2 м
Диаметр колонки	3 мм
Температура колонки	180°C
Температура термостата ДПР	270°C
Температура испарителя	250°C
Скорость газа-носителя азота	40 мл/мин
Скорость продвигающего газа в ДПР	150 мл/мин
Скорость водорода	38 мл/мин
Скорость воздуха	390 мл/мин
Скорость диаграммной ленты	240 мм/ч

Чувствительность электрометра	$20 \cdot 10^{-12}$ а
Объем вводной пробы	1 мл
Время удерживания	12 мин

Количественный анализ проводят методом абсолютной калибровки. Готовят калибровочные смеси гексахлорбензола в бензole с содержанием гексахлорбензола от 0,05 мкг/мл до 100 мкг/мл. Страйт градуировочную кривую, выраженную зависимость площади пика от количества компонента. Площадь пика получают умножением высоты пика на его ширину, измеренную на половине высоты. Построение градуировочной кривой проводят по 5 точкам, проводя 5 параллельных определений для каждой концентрации. Условия анализа и градуировки должны быть идентичными.

Концентрацию гексахлорбензола в воздухе в $\text{мг}/\text{м}^3$ (X) вычисляют по формуле:

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

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

V - общий съем 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:

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

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.

Приложение 2

КОЭФФИЦИЕНТЫ

для приведения объема воздуха к стандартным условиям: температура +20⁰С 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,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,I039
-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.

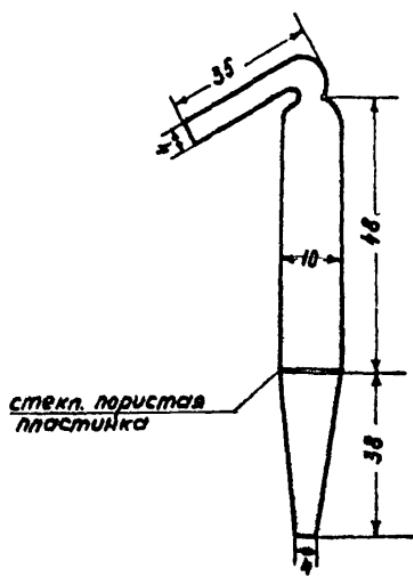


Рис. I. Стеклянная трубка с пористой пластинкой
для отбора проб воздуха

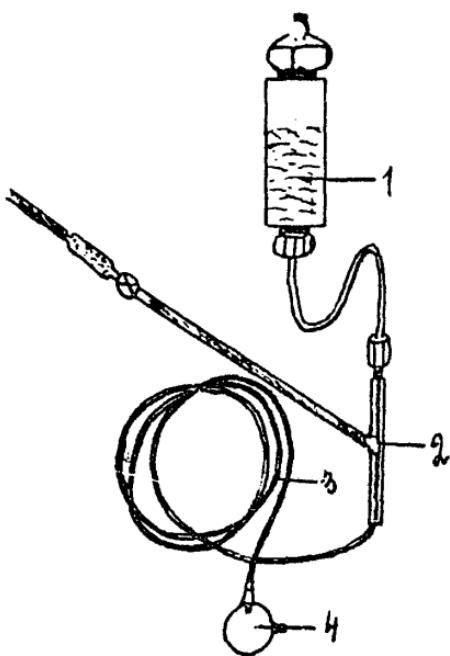


Рис. 2. Схема динамического диффузионного дозатора.

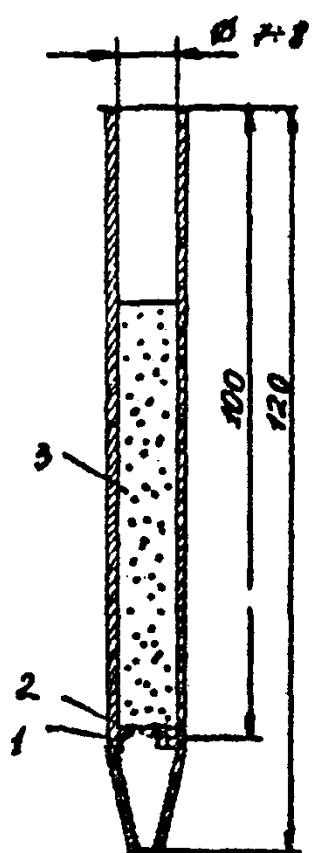


Рис.3. Концентрационная трубка

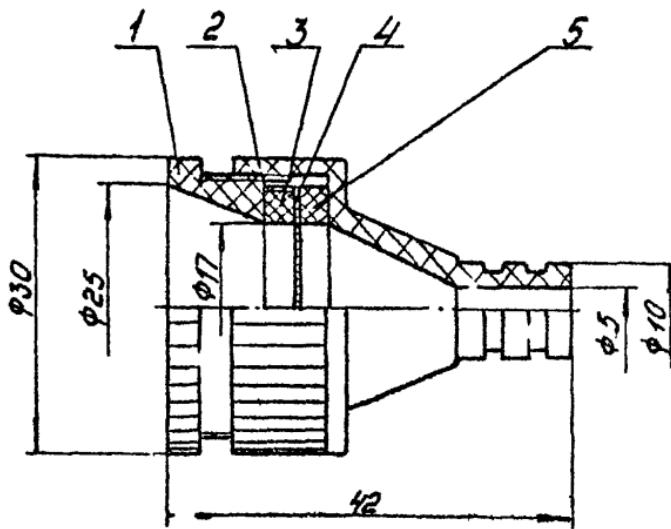


Рис. 4 Патрон пленкоигласовый
для отбора проб воздуха.

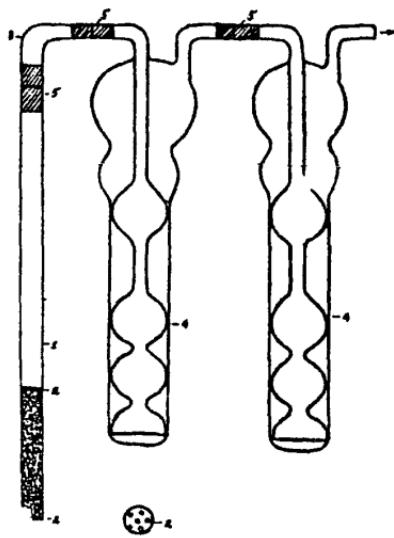


Рис. 5. Схема установки для отбора пробы воздуха.

Приложение 4

ПЕРЕЧЕНЬ

учреждений, представивших методические указания в данный сборник

№ п/п	Методические указания	Учреждение, представившее методическое указание
1	Методические указания по газохроматографическому определению бальзама лесного "А" в воздухе	Белорусский санитарно-гигиенический институт
2	Методические указания по методам определения вернами в воздухе	Кievский 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 пропионового 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 хлоризопренка, 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 эпихлорогидрина (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 аллюмосиликата 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 гигиены труда и профзаболеваний
38	Методические указания по фотометрическому определению монохлорметил-псевдокумола 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-оксиэтилидендиfosфоновой кислоты, тринатриевой соли оксиэтилидендиfosфоновой кислоты и нитрилотриметиленфосфоновой кислоты в воздухе	ВНИИ "ИРБА" г.Москва
42	Методические указания по спектрофотометрическому определению пирена в воздухе	Свердловский НИИ гигиены 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 циануксусной кислоты в воздухе	НИИ гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР
47	Методические указания по титрометрическому определению ксантофенатов в воздухе	Армянский НИИ общей гигиены и профзаболеваний

СОДЕРЖАНИЕ

Методические указания по газохроматографическому определению бальзама лесного "Л" в воздухе	3
Методические указания по методам определения вернами в воздухе	6
Методические указания по газохроматографическому определению эксахлорбензола 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 длортодуола в воздухе	41
Методические указания по газохроматографическому определению метил-третбутилового эфира в воздухе .	45
Методические указания по газохроматографическому определению метилтолуилата, димила и диметилтерофталата в воздухе	50
Методические указания по газохроматографическому определению метиленилдиметоксицелана в воздухе .	56
Методические указания по газохроматографическому определению моно-нитронапталина и изомеров 1,5- и 1,8-дinitронафталаина 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 этилторгидрина (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 алмосиликата 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 I-оксиэтилидендиfosфоновой кислоты, тринатриевої соли оксиэтилидендиfosфоновой кислоты и нитритотриметиленfosфоновой 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 тризоамилифосфиноксида в воздухе	202
Методические указания по фотометрическому определению фуразолидона в воздухе	207
Методические указания по фотометрическому определению этилового эфира цианусусной кислоты в воздухе	211
Методические указания по титриметрическому определению ксантолигенатов 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.