

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.ЗАЙЧЕНКО

"21" сен. 1983 г.

12694-83

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ОПРЕДЕЛЕНИЮ БАЛЬЗАМА ЛЕСНОГО "А"
В ВОЗДУХЕ

Бальзам лесной "А" является продуктом, получаемым при переработке соснового экстракционного экипидара, и представляет собой смесь терпеновых соединений, физико-химические свойства которых приведены в табл. I.

Таблица I

Физико-химические свойства терпеновых соединений

Вещество	Формула	М	Растворимость	Т.кип. °C	Т.пл. °C	Агрегатное состояние
Транс-ди- гидро- терпинеол		156,2	Растворяется в большинстве органических растворителей, трудно - в воде	207-209	35	пары
		152,2	"—"	207	176-178	"—"
Терпиненол-4		154,2	"—"	209-212		"—"
γ-Терпинеол		"—"	"—"	210	68-70	"—"
δ-Терпинеол		"—"	"—"	219-221	37-38	"—"
Сильветерпи- неол		"—"	"—"	218		"—"

I. Общая часть

1. Определение основано на использовании газо-жидкостной хроматографии на приборе с пламенно-ионизационным детектором. Отбор проб с концентрированием.

2. Предел обнаружения 0,05 мкг (по смеси компонентов) в анализируемом объеме пробы.

3. Предел обнаружения в воздухе 25 мг/м³ по смеси компонентов (при отборе 10 л воздуха).

4. Погрешность определения не более ±16%.

5. Диапазон измеряемых концентраций от 25 до 100 мг/м³.

6. Органические растворители (эфир, ацетон, бензой и др.), терпеновые углеводороды (α -пинен, β -пинен, α -карен и др.) определению не мешают. Мешают определению циклогексанол и циклогексанон.

7. Предельно допустимая концентрация бальзама лесного "А" - 50 мг/м³.

II. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые реагенты и растворы.

Спирт изопропиловый, ТУ 711-24-68, чда.

Твердый носитель хромосорб W или хроматон N-AW-ДМС :
(фракция 0,2-0,25 мм).

Неподвижная жидккая фаза - реоплекс 400.

Газообразный азот, водород, воздух в баллонах с редукторами.

9. Применяемые приборы и посуда.

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором.

Колонка стеклянная длиной 2 м и внутренним диаметром 4 мм.

Воздухозаборное устройство.

Роторный испаритель эль.

Микрошприц на 10 мл.

Секундомер.

Лупа измерительная.

Поглотительные сосуды с пористой пластинкой № 1.

III. Отбор проб воздуха

10. Воздух со скоростью 0,5 л/мин аспирируют через поглотительный сосуд с пористой пластинкой, заполненный 5 мл изопропилового спирта. Для определения концентраций паров на уровне 1/2 - предельно допустимой концентрации достаточно отобрать 10 л воздуха. При отборе проб поглотительные сосуды охлаждают водой со льдом. Пробы сохраняются в течение 7 суток при +4°C.

IV. Описание определения

11. Хромосорб *W* или хроматон *N* - *AW*-*ДМС* *S* (10г) заливают в круглодонной колбе раствором реоплекса 400 (1г) в хлороформе. Растворитель отгоняют под вакуумом на водяной бане с использованием роторного испарителя. Сухой насадкой под давлением или вакуумом набивают колонку. Хроматографическую колонку кондиционируют в течение 10-12 ч, при 200°C.

Поглотительный раствор сливают, смыкают остатки раствора из поглотительного сосуда изопропиловым спиртом и доводят объем жидкости до 5 мл. Атмосферную часть (1 мл) полученного спиртового раствора вводят через самоуплотняющуюся мембрану в испаритель хроматографа.

Условия анализа:

Колонка из стекла

длина 2 м, диаметр 4 мм;

жидкая фаза

реоплекс 400 (10% от массы твердого носителя)

Твердый носитель	хромосорб <i>W</i> или хроматон <i>N</i> - <i>W</i> - <i>MCS</i>
Температура колонки	140 ⁰ С
Температурный режим	изотермический
Температура испарителя	200 ⁰ С
Температура детектора	250 ⁰ С
Скорость газа-носителя азота	60 мл/мин
Скорость воздуха	300 мл/мин
Скорость водорода	80 мл/мин
Скорость диаграммной ленты	600 мм/ч
Объем хроматографируемой пробы	1 мкл
Продолжительность анализа	7 мин

Абсолютное время удерживания:

Транс-дигидро α -терпинеол	3 мин 36 с
Камфора	3 мин 54 с
Терпинено" - 4 + γ - терпинеол	4 мин 30 с
α - Терпинеол + сильветерпинеол	6 мин 24 с

Относительное время удерживания:

Транс - дигидро - α - терпинеол	0,93
Камфора	1,0
Терпинеол - 4 + γ - терпинеол	1,15
α - Терпинеол + сильветерпинеол	1,64

Содержание бальзама лесного "А" устанавливают по градуировочному графику. С этой целью готовят градуировочные смеси с содержанием 250, 300, 350, 400, 1000 мкг вещества в 5 мл изопропилового спирта, 1 мкл полученных градуировочных смесей анализируют на хроматографе.

Строят градуировочный график - сумма площадей всех пиков от количества бальзама лесного "А". Градуировочный график строят по

указанным содержанием при 5 параллельных определениях для каждой концентрации.

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

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

G - количество вещества, найденное по графику, мкг

V_t - общий объем жидкости, 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, $^{\circ}\text{C}$

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 +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,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.

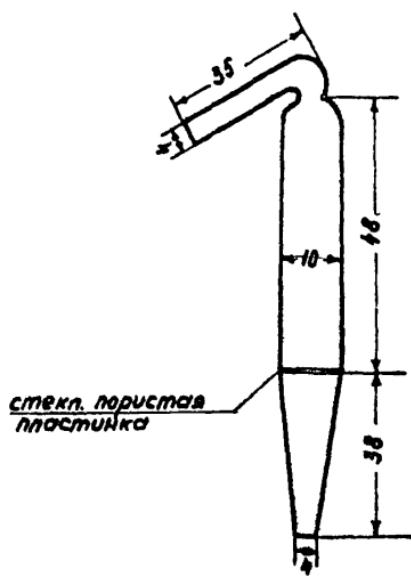


Рис. I. Стеклянная трубка с пористой пластинкой для отбора проб воздуха

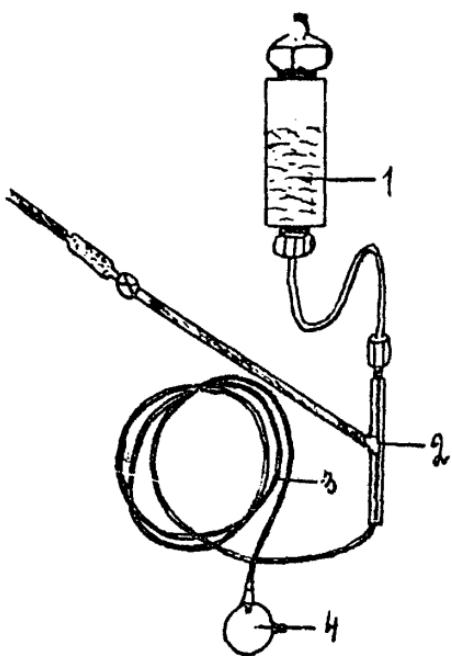


Рис. 2. Схема динамического диффузионного дозатора.

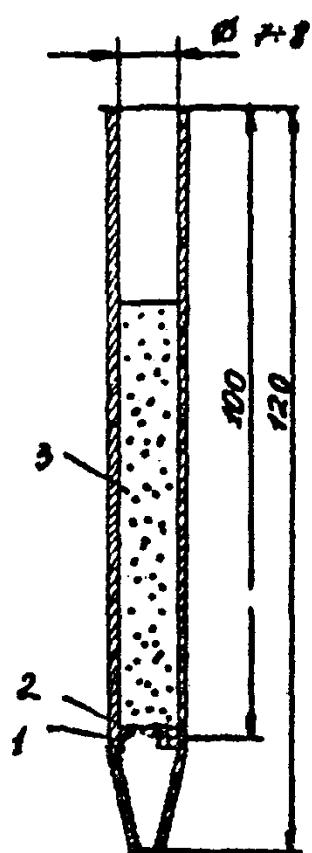


Рис.3. Концентрационная трубка

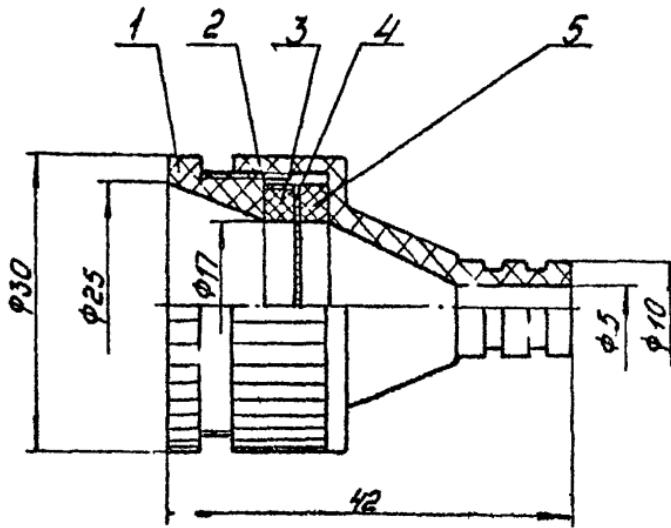


Рис. 4 Патрон плексигласовый
для отбора проб воздуха.

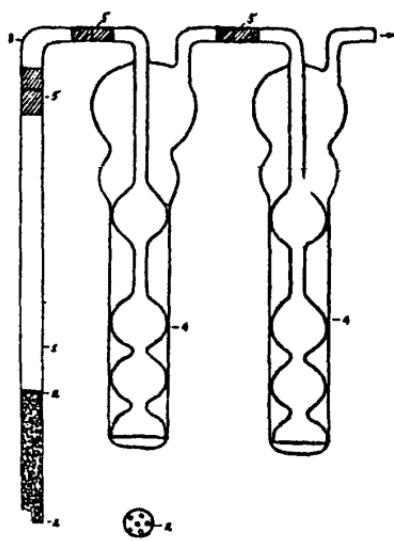


Рис. 5. Схема установки для отбора пробы воздуха.

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,mono- 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 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-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 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 "А" в воздухе	3
Методические указания по методам определения вернами в воздухе	6
Методические указания по газохроматографическому определению 1-оксахлорбензола 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 Тир. III6^n
Типография Министерства Здравоохранения СССР.