

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

---

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ  
В ВОЗДУХЕ

Выпуск XVI

Москва, 1980

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

Москва, 1980 г.

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

### Выпуск XVI

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

Редакционная коллегия: Тарасов В.В., Бабина М.Д.,  
Набиев М.И., Дьякова Г.А., Озечкин В.Г.

## УТВЕРЖДАЮ

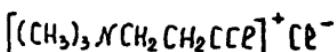
Заместитель Главного государственного  
санитарного врача СССР

*Д.И. ЗАЙЧЕНКО* — А.И. ЗАЙЧЕНКО

"23" сентября 1980 г.

№ 2245-20

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
НА ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТУРА В ВОЗДУХЕ



М.м 158,09

Хлорхолинхлорид, цикодел, тур представляет собой белое кристаллическое вещество со слабым запахом, гигроскопичен, практически нелетуч, при температуре 20–60°C. Т.пл – 240°C с разложением, в воде растворим на 74%, этиловом спирте 35,1%, органических растворителях до 0,5%. Агрегатное состояние в воздухе – аэрозоль.

### I. Общая часть

I. Определение основано на хроматографировании тура в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зон локализации препарата реагентом, содержащим основной азотнокислый висмут и юстиций калий в уксуснокислой среде.

2. Предел обнаружения 2 мкг в анализируемом объеме

3. Предел обнаружения 0,13 мг/м<sup>3</sup> (расчетный)

4. Погрешность определения ± 10%

5. Диапазон измеряемых концентраций 0,13–6,6 мг/м<sup>3</sup>

6. Определению не мешают триметиламин и дихлорэтан и холинхlorид.
7. Предельно допустимая концентрация тура в воздухе 0,3 мг/м<sup>3</sup>.

## II. Реактивы и аппаратура

### 8. Применяемые реагенты и растворы

Тур, х.ч.

Стандартный раствор № 1 содержит 100 мкг/мл анализируемого соединения готовят растворением 0,01 г химически чистого препарата в смеси спирта и диэтилового эфира 1:1 (по объему) в мерной колбе на 100 мл. Стандартный раствор № 2, с содержанием 400 мкг/мл(0,04 г химически чистого препарата растворяют в 100 мл смеси спирта и диэтилового эфира 1:1 (по объему). Стандартные растворы устойчивы в течение 2-х месяцев.

Силикагель КСК, с размером частиц 100 меш

Кальций сернокислый, чда, ГОСТ 3210-66. Высушивают в сушильном шкафу при 100°C в течение 2 часов.

Уксусная кислота ледяная и 98%, ГОСТ 61-69

Ацетон, х.ч., ГОСТ 2603-71

Кислота соляная, ГОСТ 3118-67, разбавленная водой в соотношении 1:3 по объему.

Висмут азотнокислый основной, ГОСТ 10217-62 )

Калий иодистый, ГОСТ 4232-65

Производящий реагент: 850 мг основного азотнокислого висмута растворяют в смеси 40 мл воды и 10 мл 98% уксусной кислоты, к раствору прибавляют 20 мл 40% водного раствора иодистого калия. Хранить в темной склянке, устойчив в течение месяца.

Для проявления хроматограмм непосредственно перед применением к 2 мл реактива прибавляют 6 мл 98% уксусной кислоты и 10 мл воды.

Спирт этиловый, ГОСТ 5963-67

Эфир диэтиловый, ГОСТ 6265-52

9. Применяемые посуда и приборы

Аспирационное устройство

Фильтродержатели

Шкаф сушильный

Фильтры АДА-ХА-Я0

Баня водяная

Хроматографические камеры

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770-74

Баночки с притертymi пробками, емк., 25 мл

Термометр со шкалой на 100°C

Пульверизатор стеклянный

Пластинка для хроматографирования

Стеклянную пластинку (9 x 12 см), промытую содой, хромовой смесью и дистиллированной водой, протирают этиловым спиртом и покрывают сорбционной массой. Для получения которой к 35 г силикагеля с размером частиц 100 меш, прибавляют 2 г гипса, растирают смесь в фарфоровой ступке, прибавляя постепенно небольшими порциями дистиллированную воду, продолжая размешивать до образования однородной массы. Всего следует прибавить 90 мл воды. Этой порции сорбционной массы достаточно для приготовления 8-9 пластинок размером 9-12 см. Пластинки сушат в горизонтальном положении на воздухе в течение 12 ч и хранят в экскаторе.

### III. Отбор проб воздуха

10. Воздух со скоростью 5 л/мин аспирируют через фильтр, помещенный в фильтродержатель. Для определения I/2 предельно допустимой концентрации следует отобрать 15 л воздуха.

#### IV. Описание определения

II. Сильтр помещают в баночку с притертой пробкой, приливают 5 мл раствора смеси этилового спирта с диэтиловым эфиром 1:1 (по объему), закрывают баночку пробкой и оставляют на 30 мин, периодически встряхивая. Экстракт количественно переносят в пробирку. Растворители испаряют на водяной бане при температуре 85°C до объема 0,2–0,3 мл. На стартовую линию хроматографической пластинки наносят остаток после выпаривания пробы или аликвотную часть экстракта, справа и слева от пробы на расстоянии 1,5–2 см наносят стандартные растворы тура с содержанием от 2 до 100 мкг. Пластинку помещают в хроматографическую камеру, в которую за 15 мин до хроматографирования налит подвижный растворитель – ледяная уксусная кислота, ацетон, разбавленная (1:3) соляная кислота в соотношении 5:2:1, в таком количестве, чтобы пластина погружалась не более чем на 0,5 см. После подъема растворителя на высоту 10 см пластина вынимают, отмечают линию фронта и в горизонтальном положении сушат на воздухе в вытяжном шкафу не менее 3 ч. Более продолжительная сушка, до 24 ч, не мешает определению. Пластина проявляют проявляющим реагентом, на хроматограмме проявляются розовые пятна, окраска их устойчива в течение 3-х часов.

Количественное определение производят путем визуального сравнения интенсивности окрасок пятен проб и стандарта.

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

$$X = \frac{\mathcal{G} \cdot V_1}{V \cdot V_{20}}, \text{ где}$$

$\mathcal{G}$  – количество тура, найденное в анализируемом объеме, мкг;

$V_1$  – общий объем пробы, мл;

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

$V_{20}$  – объем воздуха в 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:

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

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

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

$t^\circ$  - 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.

## КОЭФФИЦЕНТЫ

для приведения объема воздуха к стандартным условиям: температура +20°C и  
атмосферное давление 101,33 кПа

C	Давление Р, кПа										
	97,33	97,86	98,4	98,93	99,46	100	100,53	101,06	101,33	101,66	102,40
J	I,1582	I,1646	I,1709	I,1772	I,1836	I,1699	I,1963	I,2026	I,2058	I,2122	I,2185
6	I,1393	I,1456	I,1519	I,1581	I,1644	I,1705	I,1768	I,1831	I,1862	I,1925	I,1986
2	I,1212	I,1274	I,1336	I,1396	I,1458	I,1519	I,1581	I,1643	I,1673	I,1735	I,1795
3	I,1036	I,1097	I,1158	I,1218	I,1278	I,1338	I,1399	I,1460	I,1490	I,1551	I,1611
4	I,0866	I,0926	I,0986	I,1045	I,1105	I,1164	I,1224	I,1284	I,1313	I,1373	I,1432
D	I,0701	I,0760	I,0819	I,0877	I,0936	I,0994	I,1053	I,1112	I,1141	I,1200	I,1258
	I,0540-	I,0599	I,0657	I,0714	I,0772	I,0829	I,0887	I,0945	I,0974	I,1032	I,1099
	I,0385	I,0442	I,0499	I,0556	I,0613	I,0669	I,0726	I,0784	I,0812	I,0869	I,0925
	I,0309	I,0366	I,0423	I,0477	I,0535	I,0591	I,0648	I,0705	I,0733	I,0789	I,0846
	I,0234	I,0291	I,0347	I,0402	I,0459	I,0514	I,0571	I,0627	I,0655	I,0712	I,0767
	I,0087	I,0143	I,0198	I,0253	I,0309	I,0363	I,0419	I,0475	I,0502	I,0557	I,0612
J	0,9944	0,9999	I,0054	I,0108	I,0162	I,0216	I,0272	I,0326	I,0353	I,0407	I,0462
1	0,9806	0,9860	0,9914	0,9967	I,0021	I,0074	I,0128	I,0183	I,0209	I,0263	I,0316
3	0,9671	0,9725	0,9778	0,9830	0,9884	0,9936	0,9989	I,0043	I,0069	I,0122	I,0175
J	0,9605	0,9658	0,9711	0,9763	0,9816	0,9868	0,9921	0,9974	I,0000	I,0053	I,0105
2	0,9539	0,9592	0,9645	0,9696	0,9749	0,9800	0,9853	0,9906	0,9932	0,9985	I,0036
1	0,9475	0,9527	0,9579	0,9631	0,9683	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	0,9917	0,9968
3	0,9412	0,9464	0,9516	0,9566	0,9618	0,9669	0,9721	0,9773	0,9799	0,9851	0,9902
3	0,9349	0,9401	0,9453	0,9503	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785	0,9836
J	0,9288	0,9339	0,9391	0,9440	0,9492	0,9542	0,9594	0,9645	0,9670	0,9723	0,9772

I	II	2	III	3	IV	5	VI	7	VII	8	VIII	9	VII	10	VII	II	VII	12			
+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