

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ
В ВОЗДУХЕ

Выпуск XIX

Москва, 1984 г.

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

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

Москва, 1983 г.

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

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

Выпуск XIX

Редакционная коллегия: Кузьминых А.И., Македонская Р.Н.,
Овечкин В.Г.

Д-79263 от 28.10.83г. Зак. 1943 Тир. 1000

Типография Министерства Здравоохранения СССР.

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного
государственного
санитарного врача СССР

А.И. Заиченко А.И. ЗАИЧЕНКО

"06" *сентября* 1983 г.

№ 2843-83

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ КОТОРАНА
В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



M = 232,2

Которан - высокоэффективный гербицид избирательного действия для борьбы с сорняками в посевах хлопчатника. Действующим началом препарата является N(3-трифторметилфенил)-N'-N'-диметилмочевина. В чистом виде - белые кристаллы с $T_{пл} = 163-164^{\circ}C$. Давление паров при $20^{\circ}C$ $5 \cdot 10^7$ мм.рт.ст. Хорошо растворим в ацетоне и спирте. Растворимость в воде при $20^{\circ}C$ составляет 90 мг/л. В воздухе рабочей зоны может присутствовать в виде аэрозоля и пыли.

I. Характеристика метода

Определение основано на хроматографическом выделении которана в тонком слое, термическом разложении его до аминокбензотрифторида и определении в виде окрашенного продукта сочетания диазотированного аминокбензотрифторида с α -нафтолом.

Отбор проб проводится с концентрированием на фильтре.

Предел измерения - 2 мкг в анализируемом объеме пробы.

Предел измерения в воздухе - $2,5 \text{ мг/м}^3$ (при отборе 20 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций: от $2,5$ до $12,5 \text{ мг/м}^3$.

Граница суммарной погрешности измерения не превышает $\pm 25\%$.

Определению не мешают аминобензотрифторид, бензотрифторид, м-нитробензотрифторид и о-дихлорбензол.

Предельно допустимая концентрация которана в воздухе 5 мг/м^3 .

2. Реактивы, растворы и материалы

Спирт этиловый, ГОСТ 5963-67, ректификат.

Хлореформ, ГОСТ 3160-51, хч, свежеперегнанный.

Ацетон, ТУ 6-09-3513-75, осч, свежеперегнанный.

Кислота соляная, ГОСТ 3118-77, хч, уд.веса 1,19.

Натрий азотистокислый, ГОСТ 4187-74, чда.

Аммиак водный, ГОСТ 3760-79, чда, 25%-ный раствор.

Калия гидроксид, ГОСТ 4203-65, чда.

α -нафта, ГОСТ 5838-79, ч.

Оксид алюминия для хроматографии II-степени активности,

Гипс медицинский просельный.

Которан, ч.

Основной раствор которана с концентрацией 1 мг/мл готовят растворением 100 мг вещества в ацетоне в мерной колбе на 100 мл .

Раствор устойчив в течение года при хранении в холодильнике.

Стандартный раствор которана с концентрацией 10 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением основного раствора ацетоном.

Раствор устойчив в течение года при хранении в холодильнике.

Проявляющий реагент: Раствор №1 - 4 мл концентрированной соляной кислоты разбавляют 46 мл дистиллированной воды, к раствору добавляют 1 г азотистокислого натрия. Раствор №2 - $2,8 \text{ г}$ гидроксида калия растворяют в 50 мл воды и добавляют $0,1 \text{ г}$ α -нафта.

Растворы готовят перед употреблением.

Фильтры АФА-ВП-10.

3. Приборы и посуда

Аспирационное устройство.

Фильтродержатели.

Испаритель ротационный вакуумный ИР-1.

Камера хроматографическая с притертой крышкой.

Ступка фарфоровая с пестиком.

Пластинки стеклянные, размером 9x12 см.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 50 и 100 мл.

Пипетки, ГОСТ 20292-74, емкостью 1, 2, 5 и 10 мл.

Стаканы лабораторные стеклянные, ГОСТ 10394-72, емкостью 50 мл

Колбы стеклянные, ГОСТ 10394-72, емкостью 100 мл.

Воронки стеклянные, ГОСТ 8613-75, диаметром 56 мм.

Пробирки центрифужные, емкостью 5 мл.

Капилляры стеклянные, диаметром 0,5-0,6 мм.

4. Проведение измерения

Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 10 л/мин аспирируют через фильтр АФА-ВП-10, укрепленный в фильтродержателе. Для определения 1/2 ЦДК необходимо отобрать 20 л воздуха.

Условия анализа

Приготовление хроматографических пластинок. Для приготовления сорбционной массы для II пластинок берут 50 г окиси алюминия, добавляют 5 г медицинского гипса и растирают в ступке. К однородной массе приливают 75 мл дистиллированной воды и быстро перемешав, наносят равномерно на каждую пластинку. Пластинки сушат при комнатной температуре 10-12 часов, хранят в специальных стекляшках закрытого типа.

Фильтр с отобранной пробой помещают в стакан, добавляют 10 мл спирта. Несколько минут промывают фильтр, затем сливают растворитель в мерную колбу емкостью 50 мл, отжимая фильтр стеклянной палочкой. Фильтр промывают еще три раза порциями по 10 мл спирта. Содержимое мерной колбы доводят до метки спиртом и тщательно перемешивают. Отбирают 2 мл раствора и переносят в центрифужную пробирку. В пробирку помещают стеклянный капилляр с залпавленным

верхним концом. Пробирку помещают на кипящую водяную баню и удаляют растворитель до объема 0,05–0,1 мл. Параллельно в аналогичные пробирки помещают серию стандартных растворов: 0,2; 0,3; 0,4 и 0,5 мл, что соответствует 2, 3, 4 и 5 мкг которана. В пробирки помещают заплавленные капилляры и удаляют растворитель до объема 0,05–0,1 мл.

Сконцентрированную пробу количественно переносят при помощи того же капилляра, но с отломанным заплавленным концом, на хроматографическую пластинку. Параллельно на пластинку с помощью капилляров наносят стандартные растворы с содержанием 2, 3, 4 и 5 мкг которана. Хроматографирование сначала ведут в хлороформе. Затем пластинку вынимают и высушивают на воздухе. После этого пластинку помещают в систему ацетон-конц.аммиак (30:1) и позволяют растворителям подняться до половины пластинки. Затем пластинку помещают в сушильный шкаф и выдерживают 30 минут при 160°C. После охлаждения пластинку обрабатывают проявляющим раствором №1, а затем №2. Которан проявляется на пластинке в виде розовых пятен с $R_f=0,53 \pm 0,02$. Если в пробе присутствует аминобензотрифторид, он проявится на хроматограмме в виде розового пятна с $R_f=0,74 \pm 0,02$.

Количественное определение которана в анализируемой пробе проводят визуально или на денситометре "БИАН-178". Количество вещества в анализируемом объеме находят по отношению интегральных значений концентрации красителя образцов и "свидетелей".

Концентрацию которана в мг/м³ воздуха (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G \cdot V_1}{V \cdot V_{20}}$$

где: G – количество которана, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;

V_1 – общий объем 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 1).

Приложение I

Приведение объема воздуха к стандартным условиям проводят по следующей формуле:

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

где: V_t - объем воздуха, отобранный для анализа, л.
 P - барометрическое давление, кПа (101,33 кПа=760 мм рт.
 t° - температура воздуха в месте отбора пробы, $^\circ\text{C}$

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

К О Э Ф Ф И Ц И Е Н Т Ы
 для приведения объема воздуха к стандартным условиям: температура +20°C
 и атмосферное давление 101,33 кПа

Приложение 2

| °C | Давление P, кПа | | | | | | | | | | |
|-----|-----------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| | 97,33 | 97,86 | 98,40 | 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 | 1.1089 |
| -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 | 1.0027 | 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 |
| +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 | 0.9492 | 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 |

Приложение 3

Вещества, определяемые по ранее утвержденным
и опубликованным Методическим Указаниям

| № пп | Наименование вещества | Опубликованные МУ |
|------|----------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------|
| 1. | Полиоксимирид | ТУ на метод определения пыли в воздухе промышленных предприятий. Выпуск У, 1965 г., стр. 165. |
| 2. | Полибензоксазол | - " - |
| 3. | Сополимер стирола и метилметакрилата (Инкар-27) | - " - |
| 4. | Сополимер бутилакрилата, стирола, метилметакрилата, аллилметакрилата (Инкар-27а) | - " - |
| 5. | Сополимер винилхлорида, винилацетата и винилового спирта (А-150М) | - " - |
| 6. | Полюксадиазол (ПОД-2) | - " - |
| 7. | Сополимер винилхлорида и метилакрилата МА-20 | - " - |
| 8. | Летучие вещества, выделяющиеся при вулканизации шинной резины (по сумме аминов) | ТУ на метод определения фенол-А-нафтамина. Выпуск УП, 1971 г. стр. 60. |

Приложение 4

**Перечень
учреждений, представивших методические указания
в данный сборник**

| Методические указания | Учреждение, представившее методическое указание |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------|
| Фотометрическое определение адипиновой и себациновой кислот | Институт гигиены им. Ф.Ф.Эрисмана |
| Фотометрическое определение бутилнитрита | Университет дружбы народов им.П.Лумумбы |
| Газохроматографическое определение винилглицидилового эфира этиленгликоля (винилокса) | Ангарский НИИ гигиены труда и профзаболеваний |
| Полярнографическое определение вольфрама | ВЦНИИОТ ВЦСПС, г.Москва |
| Газохроматографическое определение диэтилентриамина, этилендиамина, триэтилентетрамина | Уфимский НИИ гигиены труда и профзаболеваний |
| Полярнографическое определение диэтилтеллурида | ЦДУВ, кафедра промгигиены г.Москва |
| Фотометрическое определение ди(2-этилгексил)фенилфосфата и дифенил(2-этилгексил)фосфата | Институт гигиены им. Ф.Ф.Эрисмана |
| Фотометрическое определение 3,4-диметокси-фенилацетонитрила (гомонитрила) | Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва |
| Фотометрическое определение 3,4-диметоксибензилхлорида | - " - |
| Фотометрическое определение 2,3-дибром-2-бутен-1,4-диола | Одесский медицинский институт |
| Фотометрическое определение 1,2-диметоксибензола (вератрола) | Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва |
| Газохроматографическое определение дибутилсебацината | Белорусский санитарно-гигиенический институт |
| Газохроматографическое определение дибутилфталата, диоктилфталата, дибутилсебацината и диоктиладипината | Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва |
| Газохроматографическое определение изопропилхлорекса | ГОСНИИ ХЛОПРОЕКТ, г.Киев Филмал |
| Газохроматографическое определение кетоэфира | Уфимский НИИ гигиены труда и профзаболеваний |

| I | 2 |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------|
| Газохроматографическое определение компонентов бензометанольной смеси (метанол, изобутанол, углеводороды) | Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г. Москва |
| Хроматографическое определение которана | Ташкентский медицинский институт |
| Фотометрическое определение канифоли | Ангарский НИИ гигиены труда и профзаболеваний |
| Газохроматографическое определение летучих жирных кислот | - " - |
| Спектрофотометрическое определение масляного аэрозоля | ВНИИДГ, г. Москва |
| Полярографическое определение марганца и железа | ВЦНИИОТ ВЦСПС, г. Москва |
| Полярографическое определение меди | - " - |
| Газохроматографическое определение метанола из бензометанольной смеси | Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г. Москва |
| Фотометрическое определение метурина | Университет дружбы народов им. П. Лумумбы |
| Полярографическое определение молибдена | ВЦНИИОТ ВЦСПС, г. Москва |
| Газохроматографическое определение метилового, этилового, изопропилового, н-пропилового, н-бутилового, втор-бутилового и изобутилового спиртов | - " - |
| Газохроматографическое определение 3-нитро-4-хлорбензотрифторида | Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г. Москва |
| Газохроматографическое определение норборнена и норбарнадена | - " - |
| Газохроматографическое определение окиси углерода | Казанское пуско-наладочное управление инженерно-производственного треста "Оргнефтехизаводы" |
| Полярографическое определение свинца, олова, меди и кадмия при совместном присутствии | Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г. Москва |
| Спектрофотометрическое определение стиромаля | Ангарский НИИ гигиены труда и профзаболеваний |
| Газохроматографическое определение тетраэтилсвинца | - " - |

| I | 2 |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------|
| Полярнографическое определение титана | ВЦНИИОТ ВЦСПС, г.Москва |
| Фотометрическое определение тиодифениламина | Донецкий НИИ гигиены тру и профзаболеваний |
| Фотометрическое определение третичных жирных аминов и аминспиртов (триэтиламина, диметилаэтанолamina, диэтилаэтанолamina, триэтанолamina) | - " - |
| Фотометрическое определение трифторметилфенилмочевины | Университет дружбы народ им.П.Думумбы |
| Хроматографическое определение фенолона | - " - |
| Фотометрическое определение фенолметилмочевины | - " - |
| Фотометрическое определение хлористого натрия | Донецкий НИИ гигиены тру, и профзаболеваний |
| Хроматографическое определение хлорэндикового ангидрида | ВНИИ ГИНТОКС, г.Киев |
| Полярнографическое определение хрома (У I и Ш) | ВЦНИИОТ ВЦСПС, г.Москва |
| Фотометрическое определение цианистого водорода | Ленинградский НИИ гигиени труда и профзаболеваний |
| Газохроматографическое определение этилена, пропилена и ацетальдегида | Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР г.Москва |

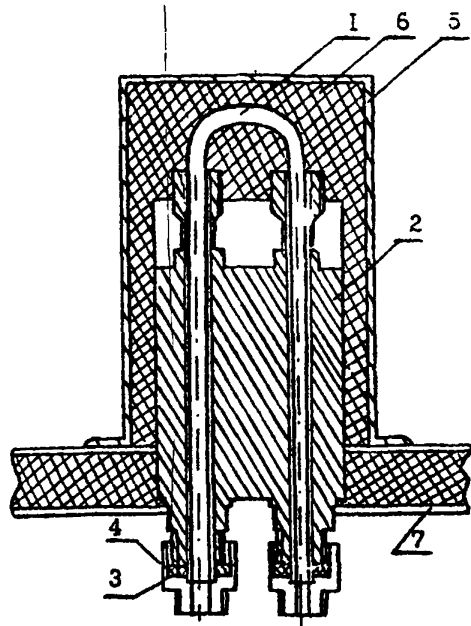


Рис.1. Общий вид установки реактора в испаритель.
 I - реактор, 2 - испаритель, 3 - буска, 4 - штуцер, 5 - кожух испарителя, 6 - шлаковата, 7 - крышка блока анализатора.

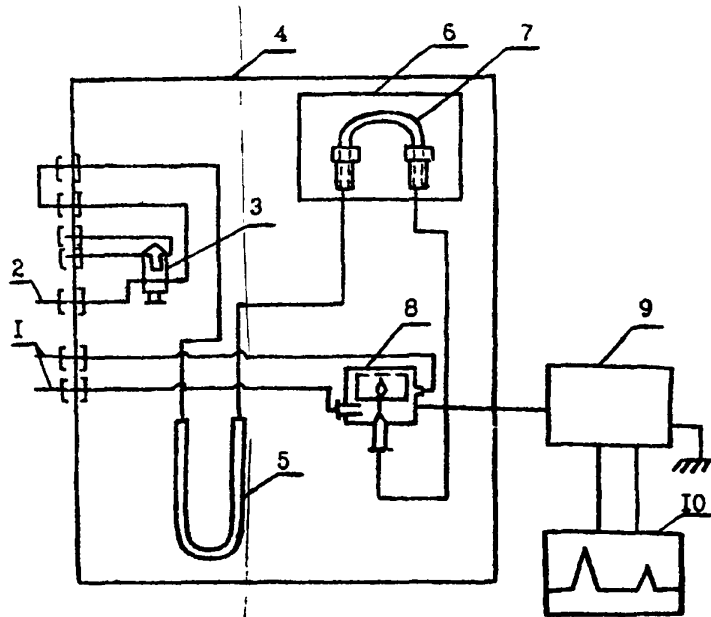


Рис.2. Схема подключения реактора.
 I - подача воздуха, 2 - подача водорода, 3 - кран-дозатор, 4 - блок анализатора, 5 - хроматографическая колонка, 6 - кожух с теплоизоляционным материалом, 7 - реактор, 8 - детектор, 9 - усилитель, 10 - потенциометр.

СО Д Е Р Ж А Н И Е

| | стр. |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------|
| Фотометрическое определение адипиновой и себациновой кислот..... | 3 |
| Фотометрическое определение бутилнитрита..... | 7 |
| Газохроматографическое определение винилглицидилового эфира этиленгликоля (винилокса)..... | 10 |
| Полярографическое определение вольфрама..... | 13 |
| Газохроматографическое определение диэтилентриамина, этилендиамина, триэтилететрамина..... | 17 |
| Полярографическое определение диэтилтеллурида..... | 21 |
| Фотометрическое определение ди(2-этилгексил)фенилфосфата и дифенил(2-этилгексил)фосфата..... | 25 |
| Фотометрическое определение 3,4-диметоксифенилацетонитрила (гомонитрила)..... | 30 |
| Фотометрическое определение 3,4-диметоксибензилхлорида.. | 34 |
| Фотометрическое определение 2,3-дибром-2-бутен-1,4-диола..... | 37 |
| Фотометрическое определение 1,2-диметоксибензола (вератрола)..... | 40 |
| Газохроматографическое определение дибутилсебацината.... | 43 |
| Газохроматографическое определение дибутилфталата, диоктилфталата, дибутилсебацината и диоктиладипината..... | 47 |
| Газохроматографическое определение изопропилхлорекса.... | 52 |
| Газохроматографическое определение кетозфира..... | 55 |
| Газохроматографическое определение компонентов бензо-метанольной смеси (метанол, изобутанол, углеводороды)..... | 60 |
| Хроматографическое определение которана..... | 65 |
| Фотометрическое определение канифоли..... | 69 |
| Газохроматографическое определение летучих жирных кислот..... | 72 |
| Спектрофотометрическое определение масляного аэрозоля... | 76 |

| | стр. |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------|
| Полярнографическое определение марганца и железа..... | 80 |
| Полярнографическое определение меди..... | 86 |
| Газохроматографическое определение метанола из бензо- метанольной смеси..... | 90 |
| Фотометрическое определение метурина..... | 93 |
| Полярнографическое определение молибдена..... | 97 |
| Газохроматографическое определение метилового, этилового, изопропилового, н-пропилового, н-бутилового, втор-бутило- вого и изобутилового спиртов..... | 102 |
| Газохроматографическое определение 3-нитро-4-хлорбензо- трифторида..... | 106 |
| Газохроматографическое определение норборнена и нор- борнадиена..... | 109 |
| Газохроматографическое определение окиси углерода..... | 113 |
| Полярнографическое определение свинца, олова, меди и кадмия при совместном присутствии..... | 117 |
| Спектрофотометрическое определение стиромала..... | 122 |
| Газохроматографическое определение тетраэтилсвинца..... | 125 |
| Полярнографическое определение титана..... | 129 |
| Фотометрическое определение тиодифениламина..... | 134 |
| Фотометрическое определение третичных жирных аминов и аминоспиртов (триэтиламина, диметилаэтанолamina, диэтил- этанолamina, триэтанолamina)..... | 137 |
| Фотометрическое определение трифторметилфенилмочевины... | 142 |
| Хроматографическое определение фенурона..... | 145 |
| Фотометрическое определение фенилметилмочевины..... | 150 |
| Фотометрическое определение хлористого натрия..... | 153 |
| Хроматографическое определение хлорендикового ангидрида. | 156 |
| Полярнографическое определение хрома (У I и Ш)..... | 161 |
| Фотометрическое определение цианистого водорода..... | 167 |
| Газохроматографическое определение этилена, пропилена и ацетальдегида..... | 171 |