

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.

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного государственного санитарного врача СССР

 А.И. ЗАИЧЕНКО

"06" сентября 1983 г.

№ 2889-83

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ
ДИБУТИЛФТАЛАТА, ДИОКТИЛФТАЛАТА, ДИБУТИЛСЕБАЦИНАТА
И ДИОКТИЛАДИПИНАТА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Дибутылфталат /ДБФ/	- $C_6H_4/COOC_4H_9/2$	M = 278,36
Диоктилфталат /ДОФ/	- $C_6H_4/COOC_8H_{17}/2$	M = 390,0
Дибутылсебацанат /ДБС/	- $/CH_2/4COOC_4H_9/2$	M = 314,47
Диоктиладипанат /ДОА/	- $[COOCH_2CH/C_2H_5/C_4H_9]_2$	M = 370,0

ДБФ представляет собой бесцветную маслянистую жидкость с $T_{квп}$ $340^{\circ}C$, $T_{пл}$ $/-35^{\circ}C/$. Летучесть при $30^{\circ}C$ - $1,75 \text{ мг/м}^3$ /рабоч./.

ДОФ - жидкость с $T_{квп}$ $386^{\circ}C$, $T_{пл}$ $/-40^{\circ}C/$.

ДБС - жидкость с $T_{квп}$ $344^{\circ}C$, $T_{пл}$ $/-10^{\circ}C/$.

ДОА - жидкость с $T_{квп}$ $214^{\circ}C$.

Все перечисленные вещества в воде практически не растворимы. Хорошо растворяются в органических растворителях и углеводородах. В воздухе рабочей зоны находятся в виде аэрозолей и паров.

I. Характеристика метода

Определение основано на использовании газожидкостной хроматографии на приборе с пламенно-ионизационным детектором.

Отбор проб проводится с концентрированием веществ в этиловый спирт.

Предел измерения ДБФ - 0,005 мкг; ДОФ и ДОА - 0,01 мкг; ДБС - 0,02 мкг в анализируемом объеме пробы.

Предел измерения ДБФ в воздухе - 0,15 мг/м³; ДОФ и ДОА - 0,25 мг/м³; ДБС - 0,5 мг/м³.

Диапазон измеряемых концентраций, мг/м³: ДБФ - 0,15-5; ДОА - 0,25-10; ДБС - 0,5-10.

Определению не мешают бутилбензоат, диметилфталат, этилформицин, бензол, толуол.

Граница суммарной погрешности измерения не превышает $\pm 15\%$.

Пределно допустимые концентрации, мг/м³: ДБФ - 0,5; ДОФ - 1; ДБС - 10; ДОА - не установлена.

2. Реактивы и растворы

ДБФ - ГОСТ 2102-67, ч.

ДОФ - МРТУ 6-09-851-63, х.ч.

ДОА - МРТУ 6-09-1984-64, ч.

ДБС - МРТУ 6-09-3244-66, ч.

Стандартные растворы ДБФ, ДОФ, ДОА и ДБС в гексане или хлороформе с концентрацией от 5 до 100 мкг/мл. При хранении в холодильнике растворы устойчивы в течение месяца.

Гексан, ТУ 6-09-3375-78, ч., или хлороформ, ГОСТ 3160-51, х.ч.

Этиловый спирт, ГОСТ 5963-67, ректификат.

Жидкая фаза - силикон ОУ-17 или Е-301.

Твердый носитель - целит 545 /фракция 0,18-0,25/.

3. Приборы и посуда

Хроматограф Цвет-102 с пламенно-ионизационным детектором.

Хроматографическая колонка, стальная /1 м x 0,3 мм/.

Поглотительные сосуды с пористой пластинкой № 2.

Фарфоровые чашки, ГОСТ 9147-80, емкость 20, 50 мл.

Круглодонные пробирки с притертой пробкой /высотой 6-8 см, диаметром 1-1,5 см/.

Микрошприцы, вместимостью 1 мкл.

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

Мерные колбы, ГОСТ 1770-74, емкость 25, 50 мл.

4. Проведение измерения

Условия отбора проб воздуха

Воздух аспирируют со скоростью 0,5 л/мин через два поглотительных сосуда с 5 мл этилового спирта в каждом при охлаждении льдом.

Для определения 1/2 ПДК и ниже достаточно отобрать 8 л воздуха в течение 16 минут.

Условия анализа

Для приготовления насадки берут силиконовый эластомер в количестве 3% от веса носителя, растворяют в хлороформе и полученным раствором заливают твердый носитель. Хлороформ испаряют при осторожном перемешивании смеси с помощью стеклянной палочки. Остатки растворителя удаляют при нагревании в термостате с температурой 50-60°C. Приготовленным сорбентом заполняют колонку и кондиционируют ее при температуре 240°C в течение 8-10 часов.

Содержимое поглотительных сосудов сливают вместе в фарфоровую чашку и упаривают на водяной бане /температура ~ 50°C/ до объема 0,2-0,3 мл. Остаток переносят в пробирку с круглым дном и упаривают до суха. К сухому остатку приливают 0,2 мл гексана или

хлороформа и закрывают пробкой. Для анализа берут 1 мкл раствора и хроматографируют при следующих условиях:

Температура колонки для ДБФ и ДБС	180°C
для ДДФ и ДДА	220°C
Температура испарителя	240°C
Расход газа-носителя	60 мл/мин
Расход водорода	45 мл/мин
Расход воздуха	300 мл/мин
Масштаб шкалы электрометра	$5 \cdot 10^{-11}$
Скорость протяжки ленты	200 мм/ч
Время удерживания: ДБФ	5 мин 32 с
ДБС	9 мин 50 с
ДДА	3 мин 3 с
ДФФ	6 мин 6 с.

Анализ проводят при 2-х режимах температуры. Вначале при температуре 180° определяют ДБФ и ДБС. Затем температуру повышают до 220°, вновь вводят 1 мкл пробы и определяют ДДФ и ДДА.

Количественное определение проводят методом абсолютной калибровки с помощью стандартных растворов с концентрацией: ДБФ от 5 до 100 мкг/мл, ДДФ и ДДА от 10 до 100 мкг/мл, ДБС от 20 до 100 мкг/мл. Для каждого вещества готовят по 4-5 стандартных растворов. Для анализа берут по 1 мкл и хроматографируют в тех же условиях, что и пробы. Расчет хроматограмм проводят по площади пика. По полученным данным строят градуировочный график зависимости площади пика /см²/ от количества вещества /мкг/.

Концентрацию веществ /X/ в мг/м³ воздуха вычисляют по формуле:

$$X = \frac{y \cdot V_1}{V \cdot V_{20}} \quad \text{где}$$

- G - количество вещества, найденное по графику, мкг;
- V_1 - общий объем пробов после упаривания, мл;
- V - объем пробы, взятый для анализа, мл;
- V_{20} - объем воздуха /л/, взятый для анализа и приведенный к стандартным условиям.

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

°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.	Полиоксиамид	ТУ на метод определения пыли в воздухе промышленных предприятий. Выпуск IV, 1965 г., стр. 165.
2.	Полибензоксазол	- " -
3.	Сополимер стирола и метил-метакрилата (Инкар-27)	- " -
4.	Сополимер бутилакрилата, стирола, метилметакрилата, аллилметакрилата (Инкар-27а)	- " -
5.	Сополимер винилхлорида, винилацетата и винилового спирта (А-150М)	- " -
6.	Полюксадмазол (ПОД-2)	- " -
7.	Сополимер винилхлорида и метилакрилата МА-20	- " -
8.	Летучие вещества, выделяющиеся при вулканизации шинной резины (по сумме аминов)	ТУ на метод определения фенил-δ-нафтиламина. 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 себаценовой 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
Полярографическое определение вольфрама	ВЦНИИОТ ВЦСПС, г. Москва
Газохроматографическое определение диэтилентриаминна, этилендиаминна, триэтилентетраминна	Уфимский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Полярографическое определение диэтилтеллурида	ЦИУВ, 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-фенилацетонитрида (гомонитрида)	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 ХЛОРПРОЕКТ, г. Киев Филиал
Газохроматографическое определение кетоэфира	Уфимский НИИ гигиены труда и профзаболеваний

I	2
Газохроматографическое определение компонентов бензometанольной 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	ВНИИЖГ, г. Москва
Поляррографическое определение марганца и железа	ВЦНИИОТ ВЦСПС, г. Москва
Поляррографическое определение меди	- " -
Газохроматографическое определение метанола из бензometанольной смеси	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г. Москва
Фотометрическое определение метурина	Университет дружбы народов им. П. Лумумбы
Поляррографическое 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 норборненг и норбарнадиена	- " -
Газохроматографическое определение окиси углерода	Казанское пуско-наладочное управление инженерно-производственного треста "Оргнефтехимзаводы"
Поляррографическое 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	- " -

1	2
Полярнографическое определение титана	ВЦНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
Фотометрическое определение тиодифениламина	Донецкий НИИ гигиены тру и профзаболеваний
Фотометрическое определение третичных жирных аминов и аминоспиртов (триэтиламина, диметилаэтанолamina, диэтилаэтанолamina, триэтанолamina)	- " -
Фотометрическое определение трифторметилфенилмочевины	Университет дружбы народ им.П.Думумбы
Хроматографическое определение фенурона	- " -
Фотометрическое определение фенилметилмочевины	- " -
Фотометрическое определение хлористого натрия	Донецкий НИИ гигиены тру и профзаболеваний
Хроматографическое определение хлорэндикового ангидрида	ВНИИ ГИНТОКС, г.Киев
Полярнографическое определение хрома (VI и III)	ВЦНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
Фотометрическое определение цианистого водорода	Ленинградский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение этилена, пропилена и ацетальдегида	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР г.Москва

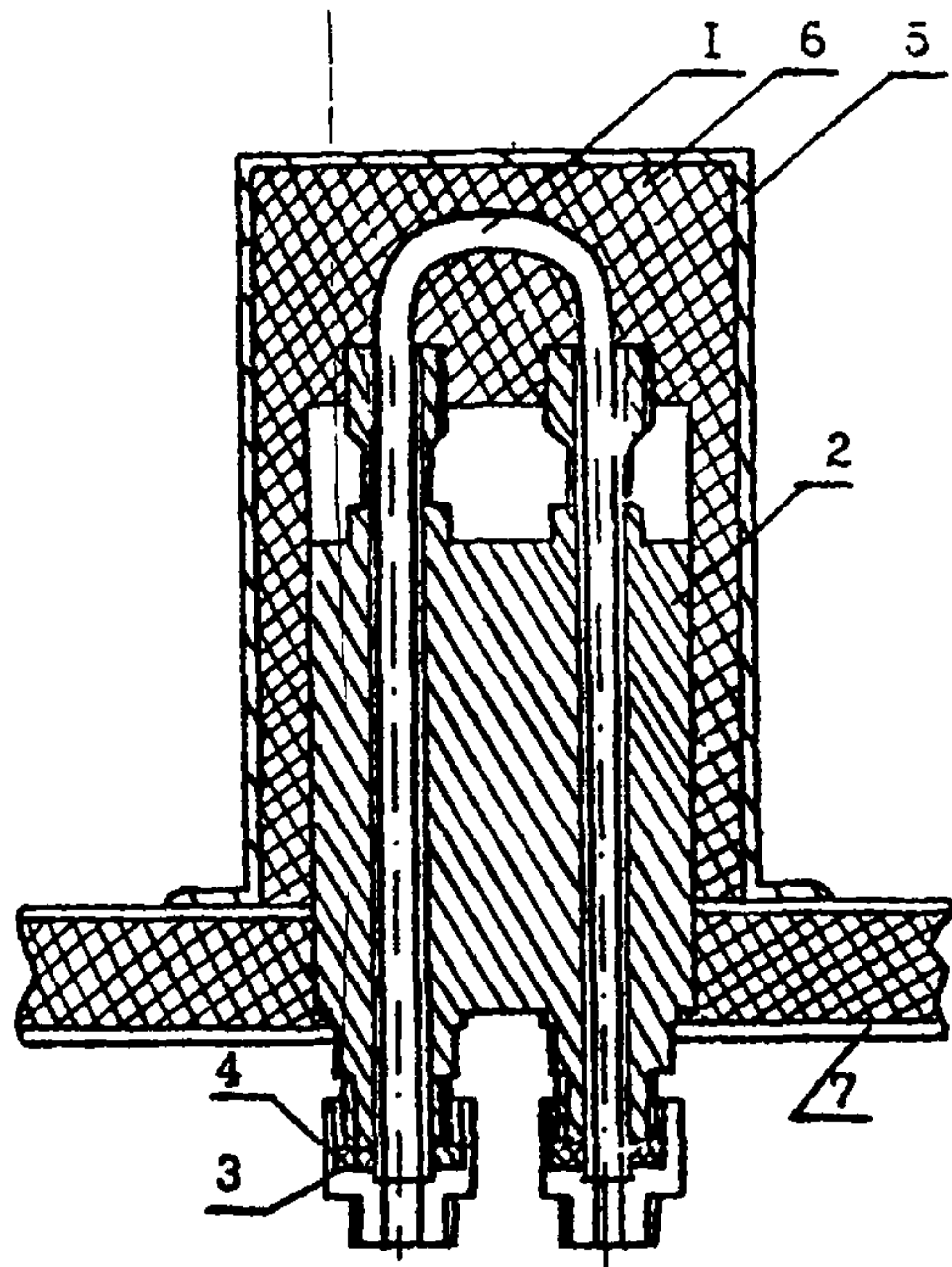


Рис.1. Общий вид установки реактора в испаритель.
 1 - реактор, 2 - испаритель, 3 - букса, 4 - штуцер, 5 - кожух испарителя, 6 - шлаковата, 7 - крышка блока анализатора.

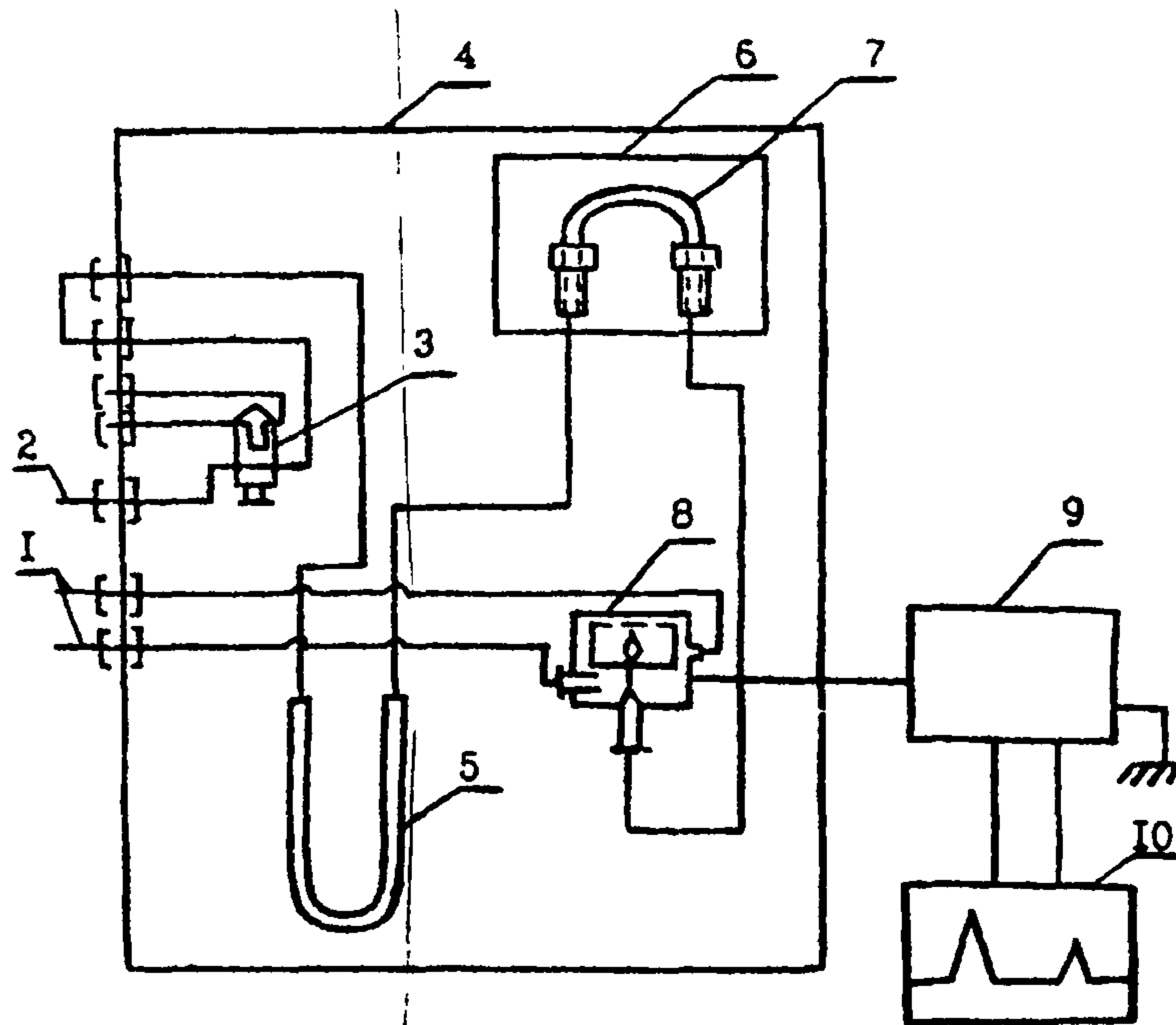


Рис.2. Схема подключения реактора.
 1 - подача воздуха, 2 - подача водорода, 3 - кран-дозатор, 4 - блок анализатора, 5 - хроматографическая колонка, 6 - кожух с теплоизоляционным материалом, 7 - реактор, 8 - детектор, 9 - усилитель, 10 - потенциометр.

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, триэтилентетрамина.....	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 (метанола, 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 тридифениламина.....	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 хлоранodikового ангидрида.	156
Полярнографическое определение хрома (VI и III).....	161
Фотометрическое определение цианистого водорода.....	167
Газохроматографическое определение этилена, пропилена и ацетальдегида.....	171