МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

Выпуск XVI

Москва, 1980

gost.e-ecolog.ru

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 гигиены труда и профессиональной патологии".

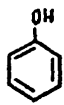
Выпуск XVI

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

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

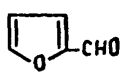
УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР
_____ А.И.ЗАЙЧЕНКО
"23" _____ 1980 г.
№ 2242-80

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФЕНОЛА, ФУРФУРОЛА И ФУРИЛОВОГО СПИРТА В ВОЗДУХЕ



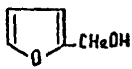
М.м. 94,I

Фенол– бесцветные или слегка фиолетовые кристаллы, хорошо растворимые в воде, эфире, хлороформе и других органических растворителях. Т.пл. 42°С, Т.кип. I88,7°С. Агрегатное состояние в воздухе – пары.



М.м. 96,09

Фурфурол – бесцветная или слегка желтоватая жидкость с запахом миндаля, хорошо растворима в уксусной кислоте, спирте, эфире и других органических растворителях. Т.пл. – 36,5°С, Т.кип. I62°С. Агрегатное состояние в воздухе – пары.



М.м. 98,II

Фуриловый спирт – бесцветная или слегка желтовая жидкость, хорошо растворима в воде, спирте, эфире. Т.кип. 172°С. Агрегатное состояние в воздухе – пары.

I. Общая часть

I. Определение основано на хроматографическом разделении анализируемых веществ на пластинках марки "Силуфол", с последующим обнаружением зон локализации препаратов в парах йода или серной кислоты.

2. Предел обнаружения фурилового спирта 0,5 мкг, фенола и фурфурола – I мкг в анализируемом объеме.

3. Предел обнаружения в воздухе 0,05 мг/м^3 (расчетный).

4. Погрешность определения ± I8%

5. Диапазон измеряемых концентраций 0,05 – 20 мг/м^3.

6. Определению не мешают формальдегид, аммиак и ацетон.

7. Предельно-допустимая концентрация в воздухе фурфурола I0 мг/м^3, фурилового спирта 0,5 мг/м^3, фенола 0,3 мг/м^3.

II. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые реактивы и растворы.

Фенол, чда, ГОСТ 6417-52, возогнанный

Фурфурол, чда, ГОСТ I0930-64, свежеперегнанный при I6I,8°С

Фуриловый спирт, ч., МРТУ 6-09-6508-70, свежеперегнанный при I72°С.

Стандартные растворы № I определяемых веществ готовят отдельно. Мерную колбу емкостью 50,0 мл, взвешивают с I0 мл хлороформа ,

вносят 1-2 капли фурфурола(фурилового спирта) или кристаллик фенола и снова взвешивают. Объем доводят до метки хлороформом и рассчитывают содержание вещества в 1 мл раствора. Соответствующим разбавлением хлороформом готовят стандартные растворы № 2, с содержанием 100 мкг вещества в 1 мл.

Стандартные растворы смеси вещества, содержащие в 1 мл по 10, 20 и 50 мкг каждого вещества, готовят перед анализом разбавлением раствора № 2 хлороформом.

Силикагель марки АСМ, фракция 0,7 – 1,2 мм, обработанный минеральными кислотами и проактивированный.

Гексан, х.ч., ТУ 6-09-3375-73

Хлороформ, х.ч., ГОСТ 2I5-74

Уксусная кислота: х.ч., ГОСТ 6I-69

Эфир 6265-52.

Вата обезжиренная

9. Применяемые приборы и посуда

Аспирационное устройство

Гофрированные трубки, стеклянные с рабочей длиной 55 мм, заполненные 2г силикагеля (внутренний диаметр 6мм, диаметр шарика 12мм)

Хроматографические камеры

Пробирки с притертыми пробками

Пипетки, ГОСТ 20292-74 на 1,2,5 и 10 мл с ценой деления соответственно 0,01, 0,02, 0,05 и 0,1 мл.

Микропипетки, ГОСТ 1770-74 на 0,2 мл с ценой деления 0,01 мл

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 10,25,50 и 100 мл

Баня водяная

Хроматографические пластинки марки "Силуфол".

Пульверизаторы стеклянные

Вакуумный насос

Спектрофотометр.

Ш. Отбор проб воздуха

10. Воздух со скоростью 1,0 л/мин аспирируют через гофрированную трубку, заполненную силикагелем.

Для определения 1/2 предельно допустимой концентрации фенола следует отобрать 6 л воздуха.

IУ. Описание определения

11. Гофрированные трубки с силикагелем промывают эфиром (30 – 50 мл) против потока поглощения. Эфир упаривают при температуре 36–40°С на водяной бане досуха, остаток растворяют 0,5 мл хлороформа и наносят количественно на хроматографическую пластинку, так чтобы размер пятна не превышал 0,5 см.

Справа и слева от пробы наносят стандартный раствор фурилового спирта, фенола и фурфурола от 0,2 до 3 мкг и смесь этих компонентов.

Пластинки помещают в камеру для хроматографирования с системой растворителей Н – гексан, хлороформ, уксусная кислота в соотношении 6:3:1. Для насыщения камеры достаточно 10 минут. Край пластинки погружают в растворитель не более, чем на 0,5 см. После поднятия растворителя на высоту 12 см пластинку из камеры вынимают, оставляют на воздухе до полного испарения растворителей. Затем опрыскают пластинку концентрированной серной кислотой или ставят в камеру с кристаллическим йодом на 5–7 минут.

Фуриловый спирт в парах серной кислоты проявляется в виде пятен овальной формы темно-коричневого цвета с $RF = 0,2 \pm 0,02$.

Фенол проявляется в виде пятен желтого кирпича с $RF = 0,28 \pm 0,02$, и фурфурол в виде пятен малинового цвета с $RF = 0,38 \pm 0,04$.

В парах йода пятна фенола, фурфурола и фурилового спирта имеют темную окраску.

Количественное определение после орошения серной кислотой проводится визуально по интенсивности окрашивания пятен на хроматограмме и по площади пятен стандартных растворов и проб.

Кроме того, количественное определение можно проводить, проявляя пятна на хроматограмме в парах йода, сводя контур пятен карандашом или обкалывая иглой и после исчезновения окраски снимают слой сорбента пятна в конические пробирки, элюируют анализируемые соединения спиртом по 4 мл, осаждают сорбент центрифугированием в течение 5 минут при 3 тыс.оборотов. Надосадочную жидкость пипеткой Пастера отсасывают в прямоугольную кварцевую кювету и определяют на спектрофотометре фенол при 240-243 нм, фуриловый спирт и фурфурол при 273 нм. В тех же условиях строят калибровочный график стандартных растворов фенола, фурфурола и фурилового спирта.

Концентрации компонентов в воздухе в мг/м^3 (X) вычисляют по формуле:

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

g – количество фенола, фурфурола и фурилового спирта, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг

V – объем пробы, взятый для анализа, мл

V_1 – общий объем пробы, мл

V_{20} – объем пробы воздуха в л, взятый 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° – температура воздуха в месте отбора пробы, $^\circ C$

Для удобства расчета V'_{20} следует пользоваться таблицей коэффициентов(приложение 2). Для приведения воздуха к стандартным условиям надо умножить V'_t на соответствующий коэффициент.

К О Э Ф Ф И Ц Е Н Т Ы

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

С	Давление Р, кПа										
	97,33	97,86	98,4	98,93	99,46	100	100,53	101,06	101,33	101,86	102,40
0	1,1582	1,1646	1,1709	1,1772	1,1836	1,1699	1,1963	1,2026	1,2058	1,2122	1,2185
6	1,1393	1,1456	1,1519	1,1581	1,1644	1,1705	1,1768	1,1831	1,1862	1,1925	1,1986
2	1,1212	1,1274	1,1336	1,1396	1,1458	1,1519	1,1581	1,1643	1,1673	1,1735	1,1795
8	1,1036	1,1097	1,1158	1,1218	1,1278	1,1338	1,1399	1,1460	1,1490	1,1551	1,1611
4	1,0866	1,0926	1,0986	1,1045	1,1105	1,1164	1,1224	1,1284	1,1313	1,1373	1,1432
0	1,0701	1,0760	1,0819	1,0877	1,0936	1,0994	1,1053	1,1112	1,1141	1,1200	1,1258
	1,0540	1,0599	1,0657	1,0714	1,0772	1,0829	1,0887	1,0945	1,0974	1,1032	1,1089
	1,0385	1,0442	1,0499	1,0556	1,0613	1,0669	1,0726	1,0784	1,0812	1,0869	1,0925
	1,0309	1,0366	1,0423	1,0477	1,0535	1,0591	1,0648	1,0705	1,0733	1,0789	1,0846
	1,0234	1,0291	1,0347	1,0402	1,0459	1,0514	1,0571	1,0627	1,0655	1,0712	1,0767
	1,0087	1,0143	1,0198	1,0253	1,0309	1,0363	1,0419	1,0475	1,0502	1,0557	1,0612
0	0,9944	0,9999	1,0054	1,0108	1,0162	1,0216	1,0272	1,0326	1,0353	1,0407	1,0462
1	0,9806	0,9860	0,9914	0,9967	1,0021	1,0074	1,0128	1,0183	1,0209	1,0263	1,0316
3	0,9671	0,9725	0,9778	0,9830	0,9884	0,9936	0,9989	1,0043	1,0069	1,0122	1,0175
0	0,9605	0,9658	0,9711	0,9763	0,9816	0,9868	0,9921	0,9974	1,0000	1,0053	1,0105
2	0,9539	0,9592	0,9645	0,9696	0,9749	0,9800	0,9853	0,9906	0,9932	0,9985	1,0036
1	0,9475	0,9527	0,9579	0,9631	0,9683	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	0,9917	0,9968
5	0,9412	0,9464	0,9516	0,9566	0,9618	0,9669	0,9721	0,9773	0,9799	0,9851	0,9902
5	0,9349	0,9401	0,9453	0,9503	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785	0,9836
0	0,9288	0,9339	0,9391	0,9440	0,9492	0,9542	0,9594	0,9645	0,9670	0,9723	0,9772

I	2	3	4	5	6	7	8	9	I0	II	I2
+34	0,9I67	0,92I8	0,9268	0,93I8	0,9368	0,94I8	0,9468	0,95I9	0,9544	0,9595	0,9644
+38	0,9049	0,9099	0,9I49	0,9I98	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,942I	0,947I	0,9520

gost.e-ecolog.ru