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.ЗАИЧЕНКО
"23" сентября 1980 г.
№ 2245-80

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТУРА В ВОЗДУХЕ

$[(CH_3)_3 \overset{+}{N} CH_2 CH_2 CCl]^+ Cl^-$

М.м 158,09

Хлорхолинхлорид, цикодел, тур представляет собой белое кристаллическое вещество со слабым запахом, гигроскопичен, практически нелетуч, при температуре 20-60°С. Т.пл - 240°С 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 реактивом, содержащим основной азотнокислый висмут и иодистый калий в уксуснокислой среде.

2. Предел обнаружения 2 мкг в анализируемом объеме

3. Предел обнаружения 0,13 мг/м^3 (расчетный)

4. Погрешность определения ± 10%

5. Диапазон измеряемых концентраций 0,13-6,6 мг/м^3

6. Определению не мешают триметиламин и дихлорэтан и холинхлорид.

7. Предельно допустимая концентрация тура в воздухе 0,3 мг/м^3.

II. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые реактивы и растворы

Тур, х.ч.

Стандартный раствор № I содержащий I00 мкг/мг анализируемого соединения готовят растворением 0,0I г химически чистого препарата в смеси спирта и диэтилового эфира I:I (по объему) в мерной колбе на I00 мл. Стандартный раствор № 2, с содержанием 400 мкг/мл(0,04 г химически чистого препарата растворяют в I00 мл смеси спирта и диэтилового эфира I:I (по объему). Стандартные растворы устойчивы в течение 2-х месяцев.

Силикагель КСК, с размером частиц I00 меш

Кальций сернокислый, чда, ГОСТ 32I0-66. Высушивают в сушильном шкафу при I00^{0}С в течение 2 часов.

Уксусная кислота ледяная и 98%, ГОСТ 6I-69

Ацетон, х.ч., ГОСТ 2603-7I

Кислота соляная, ГОСТ 3II8-67, разбавленная водой в соотношении I:3 по объему.

Висмут азотнокислый основной, ГОСТ I02I7-62)

Калий иодистый, ГОСТ 4232-65

Проявляющий реактив: 850 мг основного азотнокислого висмута растворяют в смеси 40 мл воды и I0 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 I0 мл воды.

Спирт этиловый, ГОСТ 5963-67

Эфир диэтиловый, ГОСТ 6265-52

9. Применяемые посуда и приборы

Аспирационное устройство

Фильтродержатели

Шкаф сушильный

Фильтры АФА-ХА-20

Баня водяная

Хроматографические камеры

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770-74

Баночки с притертыми пробками, емк, 25 мл

Термометр со шкалой на 100°С

Пульверизатор стеклянный

Пластинка для хроматографирования

Стеклянную пластинку (9 х 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 эксикаторе.

III. Отбор проб воздуха

10. Воздух со скоростью 5 л/мин аспирируют через фильтр, помещенный в фильтродержатель. Для определения 1/2 предельно допустимой концентрации следует отобрать 15 л воздуха.

IУ. Описание определения

II. Фильтр помещают в баночку с притертой пробкой, приливают 5 мл раствора смеси этилового спирта с диэтиловым эфиром I:I (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°С 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 I,5– 2 см наносят стандартные растворы тура с содержанием от 2 до I00 мкг. Пластинку помещают в хроматографическую камеру, в которую за I5 мин до хроматографирования налит подвижный растворитель – ледяная уксусная кислота, ацетон, разбавленная (I:3) соляная кислота в соотношении 5:2:I, в таком количестве, чтобы пластинка погружалась не более чем на 0,5 см. После подъема растворителя на высоту I0 см пластинку 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. Пластинку опрыскивают проявляющим реактивом, 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 мг/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° – 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