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".

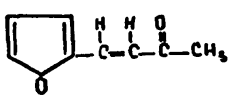
Выпуск XVI

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" сентября 1980 г.
№ 2231-80

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МОНОФУРФУРИЛИДЕНАЦЕТОНА В ВОЗДУХЕ



М.м. I35

Монофурфурилиденацетон – кристаллы в виде игл желтого цвета, хорошо растворимые в спирте, ацетоне, кетонах, бензоле, хлороформе. Т.пл. 42°С. Агрегатное состояние в воздухе – пары.

I. Общая часть

I. Определение основано на использовании газожидкостной хроматографии на приборе с детектором по захвату электронов. Отбор проб с концентрированием.

2. Предел обнаружения монофурфурилиденацетона (МФА) 0,00I мкг в анализируемом объеме.

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

4. Погрешность определения ± Ч6%

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

6. Определению не мешают фурфурол, ацетон, дифурфурилиденацетон, фуриловый спирт, тетрагидрофуран.

7. Предельно допустимая концентрация в воздухе 0,1 мг/м^3.

II. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые реактивы

Монофурфурилиденацетон, х.ч., перекристаллизованный из петролейного эфира. Готовят стандартный раствор МФА в бензоле (10 мкг/мл)

Бензол, ГОСТ 5955-75

Ацетон ГОСТ 2603-71

Хроматон N-AW-HMDS , фракция 0,16-0,20 мм

Силиконовый эластомер SE -30

Силикагель марки АСМ, фракция 0,7-12 мм, обработанный минеральными кислотами, активированный

Вата обезжиренная

Газообразный азот, марки ОСЧ в баллоне с редуктором

9. Применяемые посуда и приборы

Хроматограф с детектором по захвату электронов

Стеклянная колонка длиной 1 м, внутренним диаметром 0,35 см

Аспирационное устройство

Гофрированные трубки стеклянные, пятишариковые с рабочей длиной 55 мм: диаметр входного отверстия 6 мм, выходного 5 мм. Трубки заполняются силикагелем марки АСМ. Первый шарик заполняется обезжиренной ватой, остальные 1,5 г силикагеля.

Вакуумный насос.

Вакуумный испаритель

Набор сит "Физприбор".

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 25 мл

Фарфоровая чашка

Стаканы химические на 100 мл

Колбы для концентрирования проб, со шлифом на 50 мл.

Баня водяная

Термостат

Микрошприц, типа МШ-10

Линейка и лупа измерительные

III. Отбор проб воздуха

10. Воздух со скоростью 1 л/мин аспирируют через трубку с силикагелем. Трубку закрывают с обоих сторон заглушками, пробу можно хранить в течение суток. Для определения 1/2 предельно допустимой концентрации МФА следует отобрать 20 л воздуха.

IУ. Описание определения

11. Силиконовый эластомер, в количестве 5% от массы носителя растворяют в ацетоне и добавляют к взвешенному твердому носителю, находящемуся в фарфоровой чашке, осторожно перемешивая. Ацетон испаряют при температуре 50°С. Остатки ацетона удаляют в термостате при 100°С в течение 1-2 часов (до исчезновения запаха). Хроматографическую колонку заполняют приготовленной насадкой при слабом вакууме и кондиционируют при температуре 170° и отключенном детекторе в течение 8 часов. Прибор готовят к работе согласно инструкции.

К гофрированной трубке с силикагелем присоединяют небольшую воронку и промывают силикагель 30 мл бензола, против потока поглощения. Выпаривают бензол в чашках до объема 1 мл и вводят в испаритель хроматографа 1 мкл раствора. Пробу вводят через самоуплотняющуюся мембрану. Параллельно вводят 1 мкл стандартного раствора МФА в бензоле.

Условия анализа:

Длина колонки	1 м
Диаметр колонки	3,5 мм
Твердый носитель	Хроматон *N-AW-HMDS* (0,16-0,20 мм

Жидкая фаза SE -30

Температура колонки 140°С

Температура испарителя 160°С

Температура детектора 230°С

Газ-носитель азот особой чистоты

Скорость потока азота 3 л/час

Скорость диаграммной ленты 360 мм/час

Объем вводимой пробы I мкл

Абсолютное время удерживания I мин I2 сек

Количественная оценка хроматограмм проводится по соотношению площадь пика- концентрация стандарта и пробы. Содержание МФА в мг/м^3 воздуха (X) определяют по формуле:

$$X = \frac{C_{ст} \cdot S_{пр} \cdot V_1}{S_{ст} \cdot V_{20} \cdot V}$$, где

$C_{ст}$- количество МФА, введенное в хроматограф, мкг

$S_{пр}$- площадь пика пробы, мм^2

$S_{ст}$- площадь пика стандарта, мм^2

V_1 - общий объем раствора, мл

V - объем пробы, вводимой в хроматограф, 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