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".

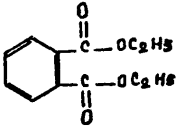
Выпуск XVI

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" декабря 1980 г.
№ 2230-80

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИЭТИЛФТАЛАТА В ВОЗДУХЕ.



М.м. 222

Диэтилфталат - жидкость с уд. весом 1,12, Т.кип. 295°С, Т.пл. 40°С, растворимость в воде 0,09%, хорошо растворима в органических растворителях.

I. Общая часть

I. Определение основано на использовании газожидкостной хроматографии на приборе с пламенно-ионизационным детектором. Отбор проб с концентрированием.

2. Предел обнаружения 0,001 мкг в анализируемом объеме раствора

3. Предел обнаружения в воздухе - 0,25 мг/м^3 (расчетный)

4. Погрешность определения ± 10,5%

5. Диапазон измеряемых концентраций 0,25 - 25 мг/м^3.

6. Определению не мешают диоктилфталат, дидодецилфталат, мешают определению диметилфталат, дибутилфталат.

7. Предельно допустимая концентрация в воздухе 0,5 мг/м^3

II. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые реактивы

Диэтилфталат ИРТУ 6-09-4736-67

Спирт этиловый ГОСТ 5963-67

Хлороформ ГОСТ 215-74, чда

Хроматон *NAW-HMDS* фракция 0,25-0,315 мм

Силиконовый эластомер Е-301

Газообразные азот, водород, воздух в баллонах с редукторами

9. Применяемые приборы и посуда

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором

Колонка из нержавеющей стали, длиной 2 м, диаметром 3 мм

Аспирационное устройство

Поглотительные приборы с пористой пластинкой

Набор сит "Физприбор"

Микрошприц типа МШ-1 на 1 мкл

Компрессор вакуумный

Посуда лабораторная, стеклянная по ГОСТ 1770-74

Чашки фарфоровые емкостью 25 мл

Секундомер

Линейка и лупа измерительные.

III. Отбор проб воздуха

10. Воздух со скоростью 0,5 л/мин аспирируют через поглотительный прибор с пористой пластинкой, наполненный 5 мл этилового спирта. Для определения 1/2 предельно допустимой концентрации следует отобрать 4 л воздуха. Отбор проб при охлаждении (вода + лед). Отобранные пробы могут храниться в течение месяца.

IУ. Описание определения

II. Колонку заполняют хроматоном *NAW-HMDS* с 5% жидкой фазы под вакуумом , затем кондиционируют при 300°С в течение 20 часов в токе азота. Общую подготовку прибора проводят согласно инструкции. Содержимое поглотительных приборов переносят в фарфоровые чашки, ополаскивая поглотительные приборы I мл спирта и упаривают до удаления этилового спирта при температуре не выше 40°С. Полученный остаток растворяют в 0,5 мл хлороформа и переносят в пробирку с притертой пробкой. Ввод проб осуществляется через самоуплотняющуюся мембрану испарителя.

Условия анализа:

Длина колонки	2 м
Диаметр колонки	3 мм
Твердый носитель	Хроматон *NAW-HMDS*
Жидкая фаза	*E-301* (5% от веса носителя)
Температура колонки	185°С
Температура испарителя	250°С
Скорость потока газа-носителя(азота)	30 мл/мин
Скорость потока водорода	40 мл/мин
Скорость потока воздуха	400 мл/мин
Скорость диаграммной ленты	I0 мм/мин
Объем вводимой пробы	0,5 мкл
Время удерживания диэтилфталата	3 мин 5 сек

Количественный расчет проводят методом абсолютной калибровки. Для построения калибровочной кривой готовят серию стандартных растворов диэтилфталата с содержанием 0,002 мг/мл, 0,004 мг/мл, 0,02 мг/мл, 0,I мг/мл, 0,2 мг/мл. Построение калибровочной кривой необходимо проводить по пяти точкам, проводя пять параллельных изме-

рений для каждой концентрации. Введение 0,5 мкл каждого из указанных стандартных растворов будет соответствовать 0,001 мкг, 0,002 м ', 0,01 мкг, 0,05 мкг, 0,1 мкг диэтилфталата. Условия анализа и калибровки должны быть идентичными.

Концентрацию диэтилфталата в мг/м^3 воздуха (X) вычисляют по формуле:

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

g – количество вещества, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг

V_1 – общий объем пробы, мл

V – объем пробы взятый для анализа, мл

V_{20} – объем 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