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".

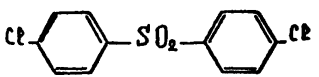
Выпуск XVI

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.
№ 2229-80

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ 4,4'-ДИХЛОРДИФЕНИЛСУЛЬФОНА В ВОЗДУХЕ.



М.м. 287

4,4'- дихлордифенилсульфон (ДХДФС) - порошок белого цвета с Т.пл 147°С и Т.кип. при 5 мм рт.ст 210°С. Растворим в ацетоне 22%, в толуоле 14% и в этиловом спирте 3%.

I. Общая часть

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

2. Предел обнаружения 0,05 мкг в анализируемом объеме раствора.

3. Предел обнаружения 5 мг/м^3 (расчетный)

4. Погрешность определения ± I,2%

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

6. Определению не мешают: хлорбензол, хлорбензолсульфокислота, хлорбензолсульфохлорид.

7. Предельно допустимая концентрация в воздухе 10 мг/м^3.

II. Применяемые реактивы и аппаратура.

8. Применяемые реактивы:

4,4′-дихлорфенилсульфон, 99,7%-

Толуол, ГОСТ 5789-69

Хроматон N-супер, фракция 0,125-0,160 мм

Жидкая фаза - OV-17

Газообразные азот, водород, воздух в баллонах с редукторами

9. Применяемые посуда и приборы

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором.

Колонка из нержавеющей стали длиной 3 м, диаметром 2 мм

Бумажные беззольные фильтры, синяя лента, площадью 10 см^2

Фильтродержатели

Аспирационное устройство

Пробирки с притертой пробкой

Стаканы химические ГОСТ 10394-72 на 50 мл

Пипетки, ГОСТ 20292-74, емкостью 5 мл с ценой деления 0,05 мл

Микрошприцы

Секундомер

Линейка и лупа измерительные

Компрессор (медицинский или для аквариума).

III. Отбор проб воздуха

10. Воздух со скоростью 10 л/мин аспирируют через беззольный фильтр, помещенный в фильтродержатель. Для определения 1/2 предельно допустимой концентрации 4,4′ - ДХДФС следует отобрать 100 л воздуха.

IУ. Описание определения

II. Хроматографическую колонку заполняют готовой насадкой Хроматон - N, супер с 3% OV -I7 с подсоединением слабого вакуума. Колонку кондиционируют 5-6 часов при температуре 350°С в токе азота без подсоединения к детектору. Общую подготовку прибора проводят согласно инструкции.

Фильтр с пробой обрабатывается 5 мл толуола в два приема и из этого раствора I мкл вводится в испаритель хроматографа через самоуплотняющуюся мембрану на анализ.

Условия анализа:

Длина колонки	3 м
Диаметр колонки	2 мм
Твердый носитель	Хроматон - N, супер
Жидкая фаза	OV -I7
Температура колонки	280°С
Температура испарителя	300°С
Газ-носитель	азот
Скорость потока газа-носителя	40 мл/мин
Скорость потока водорода	40 мл/мин
Скорость потока воздуха	334 мл/мин
Скорость диаграммной ленты	240 мм/час
Объем вводимой пробы	I мкл
Время удерживания 4,4' - ДХДФС	4 мин 24 сек

Количественное определение проводят методом абсолютной калибровки.

Для построения калибровочной кривой готовят раствор № I - отвешивают на фильтр "синяя лента" 250 мг 4,4' - ДХДФС, смывают толуолом в мерную колбу емкостью I00 мл и доводят до метки толуолом.

Соответствующим разбавлением толуолом получают серию стандартных растворов с содержанием 4,4′ – ДХДФС = 50, 100, 150, 200 и 250 мкг/мл.

Из каждого стандартного раствора отбирают по 1 мкл и хроматографируют. Строят график зависимости площадей пиков от концентрации из 5 параллельных определений. Условия калибровки и анализа проб должны быть одинаковы.

Содержание 4,4′ – ДХДФС в мг/м^3 воздуха (X) вычисляют по формуле:

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

g – количество 4,4′-ДХДФС найденное по калибровочному графику, мкг

V_1 – общий объем раствора, мл

V – объем пробы, вводимый в хроматограф, мл

V_{20} – объем воздуха в л., отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям по формуле (*см.* приложение 1).

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