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".

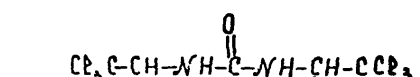
Выпуск XVI

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.
№ 2222-80

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ И ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИХЛОРАЛЬМОЧЕВИНЫ В ВОЗДУХЕ



М.м. 354,8

Дихлоральмочевина – I,3-бис(2,2,2 трихлор-I-оксиэтил)-мочевина, с т.пл. 194-196°, с летучестью при 20°С – 0,3 мг/м³, хорошо растворима в ацетоне, слабо в циклических кетонах, в воде не растворима. Агрегатное состояние в воздухе – аэрозоль.

Устойчива к действию минеральных и органических кислот, но быстро разлагается при нагревании с едкими щелочами. Применяется в виде 50%-ного смачивающегося порошка.

А. Метод тонкослойной хроматографии.

I. Общая часть

I. Определение основано на хроматографировании дихлоральмочевины в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зон локализации препарата дифениламиновым реактивом при ультрафиолетовом облучении хроматограмм.

2. Предел обнаружения 2 мкг в анализируемом объеме.

3. Предел обнаружения в воздухе 2,5 мг/м³ (расчетный).

4. Погрешность определения ± II,5%

5. Диапазон измеряемых концентраций 2,5 - 25 мг/м^3.

6. Определению не мешают наполнители технического продукта

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

II. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые реактивы и растворы

Стандартный раствор дихлоральмочевины в ацетоне с содержанием 50 мкг/мл действующего начала. Срок хранения раствора 5 суток.

Ацетон х.ч., ГОСТ 2603-7I

Гексан, ТУ 6-09-3375-73

Дифениламин, чда, ГОСТ 5825-70, 20%-ный раствор в ацетоне.

Хлористый цинк, чда, ГОСТ 4529-69, I0%-ный раствор в ацетоне, профильтрованный.

Проявляющий реактив: смешивают один объем 20%-ного раствора дифениламина с двумя объемами I0%-ного раствора хлористого цинка. Применяют свежеприготовленным.

9. Применяемые посуда и приборы.

Аспирационное устройство

Фильтры беззольные "синяя лента"

Фильтродержатели

Хроматографические пластинки "Силуфол" (ЧССР), размером 9xI5, или I5xI5 см.

Источник УФ-облучения

Хроматографические камеры

Пульверизаторы стеклянные

Посуда лабораторная стеклянная, мерная по ГОСТ I770-74

III. Отбор проб воздуха

I0. Воздух со скоростью 5 л/мин аспирируют через фильтры, помещенные в фильтродержатели. Для определения I/2 предельно допусти-

мой концентрации следует отобрать 20 л воздуха.

IУ. Описание определения

II. Фильтр помещают в бюкс (или другую емкость) с притертой пробкой, приливают 5 мл ацетона и оставляют на I5-20 минут. Раствор сливают в цилиндр, фильтр тщательно отжимают стеклянной палочкой и доводят общий объем жидкости до 5 мл. Для анализа берут 0,2 мл экстракта.

На стартовую линию хроматографической пластинки наносят ацетоновый раствор пробы. Слева и справа от пробы наносят стандартные растворы дихлоральмочевины, содержащие пестицид от 2 до 20 мкг. Пластинку помещают в хроматографическую камеру, в которую за 30 мин до хроматографирования налит подвижный растворитель - смесь гексана с ацетоном (3:2), в таком количестве, чтобы пластинки погружалась не более чем на 0,5 см. После того, как подвижный растворитель поднимется на I0 см, пластинку вынимают из камеры. отмечают линию фронта растворителя, оставляют на несколько минут для испарения растворителей; орошают пластинки проявляющим реактивом, тотчас же влажные пластинки помещают перед источником УФ-облучения на расстоянии I5-20 см. Через I-2 мин в зоне локализации дихлоральмочевины проявляются пятна сине-сиреневого цвета с величиной Rf - 0,5 ± 0,06.

Количественное определение производят путем сравнения интенсивности окрашивания и площади пятен стандартных растворов и проб.

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

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

a – количество дихлоральмочевины, 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, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям по формуле (см. приложение I).

Б. Газохроматографический метод

I. Общая часть

I. Определение основано на газожидкостной хроматографии с применением детектора постоянной скорости рекомбинации.

Отбор проб воздуха с концентрированием.

2. Минимально детектируемое количество 0,0005 мкг в 2 мкл раствора.

3. Предел обнаружения 0,5 мг/м^3 (расчетный)

4. Погрешность определения $\pm$ 5,6%

5. Диапазон измеряемых концентраций 0,5 – I0 мг/м^3

6. Определению не мешают наполнители технического продукта

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

II. Реактивы и аппаратура.

8. Применяемые реактивы и растворы

Серия стандартных растворов дихлоральмочевины в ацетоне с содержанием от 0,25 до I0 мкг/мл действующего начала.

Хроматон *NAW-HMDS*, фракция 0,I6–0,20 мм

Метилсиликон SE-30

Газообразный азот особой чистоты в баллоне с редуктором

9. Применяемые посуда и приборы

Хроматограф с детектором постоянной скорости рекомбинации

Стеклянные колонки длиной I м и внутренним диаметром 3 мм

Аспирационное устройство

Фильтродержатели

Фильтры беззольные "синяя лента"

Микрошприцы марки МШ-IO

Секундомер

Линейка и лупа измерительные

Ш. Отбор проб воздуха

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

IУ. Описание определения

II. Готовой насадкой - Хроматон *N-AW-HMDS* + 5% SE-30 заполняют колонку механически или с применением небольшого вакуума.

Фильтр с пробой помещают в бокс (или другую емкость) с притертой пробкой, приливают 5 мл ацетона и оставляют на I5–20 минут, периодически встряхивая, затем экстракт сливают, фильтр тщательно отжимают стеклянной палочкой. Измеряют объем экстракта и доводят его ацетоном до 5 мл. Для анализа берут 2 мкл.

Условия анализа:

Длина колонки	I м
Диаметр колонки	3 мм
Твердый носитель	Хроматон *N-AW-HMDS*
Жидкая фаза	SE-30
Температура колонки	200°С
Температура испарителя	230°С

Температура детектора 250°С

Газ-носитель азот особой чистоты

Скорость потока газа-носителя 40 мл/мин

Скорость диаграммной ленты 200 мм/час

Время удерживания дихлоральмочевины 4 мин 15 сек

Ввод проб осуществляется микрошприцом через самоуплотняющуюся мембрану. Минимально детектируемое количество 0,5нг. В хроматограф вводят 2 мкл раствора. Отмечают время удерживания пробы и сравнивают со временем удерживания стандартного раствора. Количественное определение ДХМ проводят методом соотношения со стандартом по площади пиков, либо строят калибровочный график, используя серию стандартных растворов от 0,25 до 10 мкг/мл, вводя в хроматограф 2 мкл раствора.

Диапазон линейности от 0,5 до 10 нг.

Содержание дихлоральмочевины в мг/м^3 воздуха (Х) вычисляют по формуле:

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

$g_{ст}$ – концентрация ДХМ в стандартном растворе, мкг

$S_{пр}$ – площадь пика пробы, мм^2

$S_{ст}$ – площадь пика стандартного раствора, мм^2

V_1 – общий объем раствора, мкл

V' – хроматографируемый объем раствора, мкл

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