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".

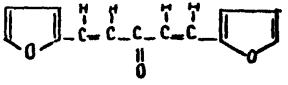
Выпуск XVI

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.
№ 2227-80

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИФУРФУРИЛИДЕНАЦЕТОНА В ВОЗДУХЕ



М.м. 214,0

Дифурфурилиденацетон – иглы желтого или оранжевого цвета, с Т.пл. 60°С, плотностью 1,21, хорошо растворим в полярных органических растворителях. Агрегатное состояние в воздухе – пары.

I. Общая часть

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

2. Предел обнаружения 0,01 мкг в анализируемом объеме растворителя.

3. Предел обнаружения 0,5 мг/м³ (при отборе 20л воздуха)

4. Погрешность определения ± 14,7%

5. Диапазон измеряемых концентраций 0,5 – 200 мг/м³

6. Определению не мешают фурфурол, фуриловый спирт, монофурфурилиденацетон и ацетон.

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

II. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые реактивы:

Дифурфурилиденацетон, перекристаллизованный из петролейного эфира. Готовят стандартный раствор ДФА в бензоле (10 мкг/мл)

Хроматон N AW-HMDS с зернением 0,16–0,20 мм

Силиконовый эластомер SE –30

Петролейный эфир с температурой кипения 40–60° ГОСТ 11992-66

Бензол х.ч., ГОСТ 5955-75

Силикагель марки АСМ (размер частиц 0,7–1,0 мм), обработанный минеральными кислотами, очищенный, проактивированный

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, диаметром 0,35 см

Гофрированные трубки стеклянные, патронариковые с длиной 55 мм (рабочая длина), диаметр входного отверстия 6 мм, выходного 5 мм. Трубки заполняются силикагелем марки АСМ. Первый карик заполняется обезжиренной ватой, остальные силикагелем 1,5 г.

Аспирационное устройство

Вакуумный испаритель ИР-1

Набор сит "Физприбор"

Вакуумный насос

Фарфоровые чашки, ГОСТ 9147-59

Посуда лабораторная, стеклянная по ГОСТ 1770-74

Колбы для концентрирования проб на 50 мл

Баня водяная

Микрошприцы типа МШ-10

Секундомер

Лупа и линейка измерительные.

Ш. Отбор проб воздуха

10. Воздух со скоростью 1 л/мин аспирируют через трубки с силикагелем. Для определения 0,5 ПДК достаточно отобрать 2 л воздуха. Трубку закрывают с обоих сторон заглушками. Срок хранения пробы 1 сутки.

IУ. Описание определения

11. Хроматографическую колонку заполняют готовой насадкой: хроматон N- AW - НЖДS с 5% SE-30 с применением слабого вакуума. Колонку кондиционируют при скорости азота 1 л/час и температуре термостата колонок 250°С в течение 3-4 часов без подключения детектора. Общую подготовку прибора проводят согласно инструкции.

К гофрированной трубке присоединяют небольшую воронку, промывают 20 мл бензола против потока поглощения и отгоняют бензол с помощью ротационного испарителя или выпаривают в чашке при 60° до объема 1 мл. Вводят в испаритель хроматографа 2 мкл раствора.

Условия анализа:

Длина колонки	1 м
Диаметр колонки	3,5 мм
Твердый носитель	Хроматон N- AW -НЖДS
Жидкая фаза	SE-30
Температура колонки	210°С
Температура испарителя	220°С
Температура детектора	250°С
Газ-носитель	азот особой чистоты
Скорость потока газа-носителя	3 л/час
Скорость диаграммной ленты	0,6 см/мин
Объем вводимой пробы	2 мкл

Абсолютное время удерживания 2 мин 15 сек.

Количественное определение проводят по соотношению: площадь пика – концентрация стандарта и пробы. Содержание дифурфурилиденацетона (X) в мг/м^3 воздуха вычисляют по формуле:

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

$Q_{ст}$ – количество дифурфурилиденацетона в стандарте, введенное в хроматограф, мкг

$S_{пр}$ – площадь пика анализируемой пробы, мм^2

V_1 – общий объем раствора, мл

$S_{ст}$ – площадь пика стандартной пробы, мм^2

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