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.
№ 2224

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИ-/3-МЕТИЛГЕКСИЛ/ФТАЛАТА/ В ВОЗДУХЕ

Ди-/3-метилгексил/фталат/ - $C_6H_4/COC_7H_{15}/_2$- маслянистая жидкость, мл.масса 362, удельный вес 1,486, хорошо растворима в органических растворителях, растворимость в воде 0,01%.

I. Общая часть

Определение основано на хроматографировании ди/3-метилгексил/фталата/ в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зоны локализации соединения после последовательной обработки пластинок резорцином, серной кислотой и щелочью.

2. Предел обнаружения 5 мкг в анализируемом объеме.

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

4. Погрешность определения ± 9%

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

6. Определению не мешают диметил-, диэтил-, бензилбутил-, дибутил- фталаты, спирты, соединения свинца, цинка, кадмия. Мешают определению диоктилфталат, дидодецилфталат.

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

II. Реактивы и аппаратура.

8. Применяемые реактивы

Ди-/3-метилгексил/фталат/, х.ч.

Стандартный раствор ди-/3-метилгексил/фталата/ в хлороформе с содержанием I мг/мл.

Бензол, чда, ГОСТ 5955-75

Этилацетат, х.ч., МРТУ 6-09-615-70

Резорцин, чда, ГОСТ 9945-62, 20% раствор в этаноле с добавлением 0,5 г хлористого цинка

Едкое кали, чда, ГОСТ 4203-65, 40% раствор и 0,I н раствор

Кислота серная, чда, ГОСТ 4204-66, 4 н раствор

Хлороформ, чда, ГОСТ 215-74

Этанол ГОСТ 5963-67

Цинк хлористый, чда, ГОСТ 4529-69

Силикагель КСК с зернением 5-25 мк

Гипс медицинский.

9. Применяемые приборы и посуда

Аспирационное устройство

Поглотительные приборы с пористой пластинкой

Пульверизаторы стеклянные

Хроматографические камеры

Градуированные пипетки на 0,I мл с оттянутым концом, ГОСТ I770-7

Посуда лабораторная, стеклянная по ГОСТ I770-74

Лампа ПРК-4 или ПРК-2 с фильтром № 3 (стекло Вуда)

Фарфоровые чашки емкостью 25 мл

Флюориметр

Пластинка для хроматографирования.

Стеклянную пластинку (9 х I2), промытую содой, хромовой смесью и дистиллированной водой, протирают этиловым спиртом и покрывают сорбционной массой. Для приготовления неподвижной фазы для одной пластинки (9хI2) см смешивают 0,4 г силикагеля и 0,05 г гипса и приливают I,7 мл воды. Нанесение сорбента на пластинку должно быть закончено за I-2 мин, пластинку активируют в течение часа при темп. I05°С.

Ш. Отбор проб воздуха.

I0. Воздух со скоростью 0,5 л/мин аспирируют через поглотительный прибор, наполненный 5 мл этилового спирта. Отбор проб проводят при охлаждении (вода + лед). Для определения I/2 предельно допустимой концентрации следует отбирать I0 л воздуха. Срок хранения отобранных проб 30 дней при темп. не выше 20°С.

IУ. Описание определения

II. Содержимое поглотительных приборов переносят в фарфоровые чашки и упаривают в вытяжном шкафу до удаления этанола. Полученный остаток растворяют в 0,2 мл хлороформа. На покрытую сорбентом пластинку с помощью микропипетки наносят на линию старта всю пробу по 0,0I мл многократным нанесением и стандартный раствор ди/3-метилгексилфталата/ в количестве от 5 мкг до 50 мкг. После испарения растворителя при комнатной температуре, пластинку помещают в камеру с подвижной фазой, состоящей из системы растворителей бензол-этилацетат /95:5/. После того, как линия растворителя достигнет соответствующей высоты (0,5 см от края пластинки), пластинку извлекают из камеры, сушат на воздухе до удаления растворителя. Пятна ди-/3-метилгексилфталата/ проявляют, опрыскивая хроматограмму 20% раствором резорцина в этаноле, затем нагревают в течение I0 мин.

в термостате при 150° С и после охлаждения пластинку орошают 4 н раствором серной кислоты, вновь нагревают 20 мин при 120°С, а затем после охлаждения проявляют 10% раствором щелочи. Ди-/3-метилгексилфталат/ проявляется в виде желтого овального пятна с Rf равным 0,80. Количественное определение производят:

а/ по визуальному сравнению величины и интенсивности окрашенного пятна с пятнами стандартных растворов, получаемых при хроматографировании эталонных образцов на этой же пластинке,

б/ по флоуресценции, для чего готовят стандартную шкалу ди/3-метилгексилфталата/ с содержанием 5-10-20-40-50 мкг. После обнаружения пятна зоны локализации соскабливают, переносят в колориметрические пробирки, наполненные 6 мл 0,1 н раствором щелочи. Пробирки энергично встряхивают и почвившуюся флюоресценцию измеряют на флюориметре. Для построения калибровочной кривой проводят пять параллельных измерений каждой концентрации. Опыты повторяют и по полученным средним данным строят градуировочные графики зависимости оптической плотности от концентрации ди/3- метилгексилфталата/. Для определения содержания ди/3-метилгексилфталата/ в пробах после их хроматографического разделения окраску каждого пятна элюируют, измеряют величину оптической плотности элюатов и с помощью графика находят количество ди/3-метилгексилфталата / в пробе.

Концентрацию ди/3-метилгексилфталата/ в мг/м^3 воздуха (X) вычисляют по формуле: $X = \frac{\mathcal{G} \cdot V_1}{V \cdot V_{20}}$, где

$\mathcal{G}$ - количество ди-/3-метилгексилфталата/, 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