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.

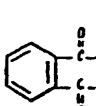
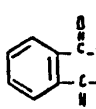
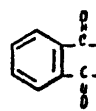
Редакционная коллегия: Тарасов В.В., Бабина М.Д., Набиев М.Н., Дьякова Г.А., Озечкин В.Г.

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР
_____ А.И.ЗАЙЧЕНКО
"23" сентября 1980 г.
№ 2223-80

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИМЕТИЛФТАЛАТА, БЕНЗИЛБУТИЛФТАЛАТА И ДИНОНИЛФТАЛАТА В ВОЗДУХЕ

Таблица 10

Физико-химические свойства

Название вещества	Структурная формула	М.м.	Раствор.	$T_{кип}$ °С	$T_{пл}$ °С	Уд.вес
Диметилфталат		194	в воде 0,43% хор.в орг.раст.	282	-5,5	1,19
Бензилбутилфталат		312	в воде 0,09%, хор в орг.раст.	360	-39	1,12
Динонилфталат		418	хор.в орг. раст.	246 (6 мм рт.ст)	-28	0,98

I. Общая часть

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

2. Предел обнаружения диметилфталата 0,00I мкг, бензилбутилфталата 0,0025 мкг, динонилфталата 0,005 мкг в анализируемом объеме раствора.

3. Предел обнаружения для диметилфталата 0,I мг/м^3, бензилбутилфталата 0,25 мг/м^3, динонилфталата 0,5 мг/м^3 (расчетный).

4. Погрешность определения ± 9-I3%

5. Диапазон измеряемых концентраций 0,I - I5 мг/м^3 для диметилфталата, 0,25 - 20 мг/м^3 для бензилбутилфталата, 0,5 - 50 мг/м^3 для динонилфталата.

6. Определению фталатов не мешают микропримеси свинца, кадмия, этилацетата, циклогексана. Мешают определению диэтилфталат, диоктилфталат.

7. Предельно допустимая концентрация в воздухе диметилфталата 0,3 мг/м^3, бензилбутилфталата I мг/м^3, динонилфталата I мг/м^3.

II. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые реактивы

Диметилфталат, ч, ГОСТ 9657-6I

Бензилбутилфталат, х.ч.

Динонилфталат для хроматографии, ч, МРТУ 6-09-2352-65

Спирт этиловый, ГОСТ 5963-67

Хлороформ, чда, ГОСТ 2I5-74

Хроматон NAW-HMDS, фракция 0,250-0,3I5 мм

Силиконовый эластомер Е-30I

Газообразные азот, водород, воздух в баллонах с редукторами.

9. Применяемые посуда и приборы

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"

Микрошприцы типа МШ-I на I мкл.

Компрессор вакуумный

Посуда лабораторная, стеклянная по ГОСТ I770-74

Чашки фарфоровые емкостью 25 мл

Секундомер

Линейка и лупа измерительные.

III. Отбор проб воздуха

I0. Воздух со скоростью 0,5 л/мин аспирируют через поглотительный прибор с пористой пластинкой, наполненный 5 мл этилового спирта. Для определения I/2 предельно допустимой концентрации следует отобрать I0 л воздуха. Отбор проб проводят при охлаждении (вода + лед). Отобранные пробы хранятся около месяца.

IV. Описание определения

II. Колонку заполняют хроматоном *NAW-HMDS* с 5% силиконового эластомера Е-30I 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, ополаскивают I мл спирта и упаривают при температуре не выше 40°С до удаления этанола. Полученный остаток растворяют в 0,5 мл хлороформа, переносят в пробирку с притертой пробкой и вводят в испаритель хроматографа 0,5 мкл раствора через самоуплотняющуюся мембрану.

Условия анализа:

Длина колонки	2 м
Диаметр колонки	3 мм.
Твердый носитель	Хроматон *NAW HMDS* фракции 0,25–0,315 мм
Жидкая фаза	*E-301* (5% от веса носителя).
Температура колонки	234°С
Температура испарителя	275°С
Скорость потока газа-носителя, азота	30 мл/мин
Скорость потока водорода	40 мл/мин
Скорость потока воздуха	400 мл/мин
Скорость диаграммной ленты	10 мм/мин
Объем вводимой пробы	0,5 мкл

Время удерживания диметилфталата 2 мин 17 сек

Время удерживания бензилбутилфталата 5 мин 45 сек

Время удерживания динонилфталата 9 мин 20 сек

Количественный расчет проводят методом абсолютной калибровки. Для построения калибровочной кривой готовят смесь стандартных растворов диметил-, бензилбутил-, динонилфталата в хлороформе с содержанием диметилфталата: 0,002 мг/мл, 0,004 мг/мл, 0,02 мг/мл, 0,1 мг/мл, 0,2 мг/мл; с содержанием бензилбутилфталата 0,005 мг/мл, 0,01 мг/мл, 0,02 мг/мл, 0,2 мг/мл, 0,4 мг/мл; с содержанием динонилфталата 0,01 мг/мл, 0,02 мг/мл, 0,04 мг/мл; 0,1 мг/мл, 1 мг/мл.

Количественное определение проводят по калибровочному графику зависимости вычисленных площадей пиков от заданных концентраций исследуемых фталатов. Построение калибровочной кривой необходимо проводить по пяти точкам, проводя пять параллельных измерений для каждой концентрации. При введении 0,5 мкл смеси стандартного раствора это будет соответствовать 0,001 мкг, 0,002 мкг, 0,01 мкг,

0,05 мкг, 0,I мкг диметилфталата, 0,0025 мкг, 0,005 мкг, 0,0I мкг, 0,I мкг, 0,2 мкг для бензилбутилфталата, 0,005 мкг, 0,0I мкг, 0,02 мкг, 0,05 мкг, 0,5 мкг для динонилфталата. Условия анализа и калибровки должны быть идентичными.

Концентрацию каждого из фталатов в мг/м^3 воздуха (X) вычисляют по формуле:

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

$\mathcal{G}$ – количество вещества, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг

V_1 – общий объем исследуемой пробы

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