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 ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИБУТИЛФТАЛАТА И ДИОКТИЛФТАЛАТА В ВОЗДУХЕ

Дибутилфталат C_6H_4 ($COOC_4H_9/2$,- жидкость с мол.массой 278,35, растворимость в воде 0,04%, хорошо растворима в орг.растворителях, т.кип. 340°С, т.пл. - 35°С.

Диоктилфталат $C_6H_4(COOC_8H_{17})2$ - жидкость с мол.массой 390, в воде не растворима, хорошо растворима в орг.растворителях, т.кип. 386°С, т.пл.-40°.

I. Общая часть

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

2. Предел обнаружения дибутилфталата 0,005 мкг, диоктилфталата 0,0I мкг в анализируемом объеме.

3. Предел обнаружения в воздухе для дибутилфталата 0,25 мг/м^3, для диоктилфталата 0,5 мг/м^3.

4. Погрешность определения ± 9,8%

5. Диапазон измеряемых концентраций для дибутилфталата 0,25 - 5 мг/м^3, для диоктилфталата - 0,5 - I6 мг/м^3.

6. Определению не мешают микроконцентрации органических раст-

ворителей, свинец, кадмий, мешают определению диметилфталат, диэтилфталат.

7. Предельно допустимая концентрация в воздухе дибутилфталата 0,5 мг/м^3, диоктилфталата I мг/м^3.

II. Реактивы и аппаратура.

8. Применяемые реактивы

Дибутилфталат, ч, ГОСТ 2I02-67

Диоктилфталат, х.ч., МРТУ 6-09-85I-63

Спирт этиловый ГОСТ 5963-67

Хлороформ ГОСТ 2I5-74, чда

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

Силиконовый эластомер Е-30I

Газообразные азот, водород, воздух в баллонах с редукторами.

9. Применяемые приборы и посуда

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором.

Колонка из нержавеющей стали длиной 3 м, диаметром 3 мм

Аспирационное устройство

Поглотительные приборы с пористой пластинкой

Набор сит "Физприбор"

Микрошприцы типа МШ-I и МШ-I0, емкостью I мкл и I0 мкл.

Компрессор вакуумный

Посуда лабораторная, стеклянная по ГОСТ I770-74

Чашки фарфоровые, емкостью 25 мл

Линейка и лупа измерительные

Секундомер

III. Отбор проб воздуха

I0. Воздух со скоростью 0,5 л/мин аспирируют через поглотитель-

ный прибор с пористой пластинкой, наполненный 5 мл этилового спирта Для определения I/2 предельно допустимой концентрации следует отобрать I0 литров воздуха. Отбор проб при охлаждении (вода + лед) Отобранные пробы могут храниться в течение месяца.

IУ. Описание определения.

II. Колонку заполняют хроматоном *NAW-HMDS* с 5% силиконового эластомера Е-30I под вакуумом , кондиционируют при 300°С в течение 20 часов в токе азота. Общую подготовку прибора проводят согласно инструкции.

Содержимое поглотительных приборов переносят в фарфоровые чашки, ополаскивая поглотительные приборы I мл спирта и упаривают до удаления спирта при температуре не выше 40°С. Полученный остаток растворяют в 0,5 мл хлороформа и I мкл раствора анализируют, осуществляя ввод пробы через самоуплотняющуюся мембрану испарителя.

Условия анализа:

Длина колонки	3 м
Диаметр колонки	3 мм
Твердый носитель	Хроматон *NAW-HMDS*
Жидкая фаза	OV-I(5% от веса носителя)

Температура колонки I90°С для дибутилфталата, 220°С для диоктилфталата

Температура испарителя 270°С

Скорость потока газа-носителя(азота)	30 мл/мин
Скорость потока водорода	40 мл/мин
Скорость потока воздуха	400 мл/мин
Скорость диаграммной ленты	I0 мм/мин
Объем вводимой пробы	I мкл

Время удерживания дибутилфталата 3 мин 5 сек, диоктилфталата 9 мин 5 сек.

Количественный расчет проводят методом абсолютной калибровки. Для построения калибровочной кривой готовят смесь стандартных растворов дибутил-,диоктилфталата в хлороформе с содержанием дибутилфталата 0,005 мг/мл, 0,01 мг/мл, 0,02 мг/мл, 0,04 мг/мл, 0,08 мг/мл 0,1 мг/мл, диоктилфталата 0,01 мг/мл, 0,02 мг/мл, 0,04 мг/мл, 0,08 мг/мл, 0,16 мг/мл, 0,32 мг/мл. Построение калибровочной кривой необходимо проводить по 5-6 точкам, проводя пять параллельных измерений, для каждой концентрации. Введение 1 мкл раствора будет соответствовать содержанию дибутилфталата 0,005 мкг, 0,01 мкг, 0,02 мкг, 0,04 мкг, 0,08 мкг, 0,1 мкг; диоктилфталата 0,01 мкг, 0,02 мкг, 0,04 мкг, 0,08 мкг, 0,16 мкг, 0,32 мкг. Условия анализа и калибровки должны быть идентичны.

Концентрацию дибутил- и диоктилфталата в воздухе (X) в мг/м^3 вычисляют по формуле:

$$X = \frac{q \cdot V}{V' \cdot V_{20}},$$ где

q - количество вещества, 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