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
"13" июля 1980 г.
№ 2221-80

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИБУТИЛФТАЛАТА, ДИОКТИЛФТАЛАТА, ДИДОДЕЦИЛФТАЛАТА В ВОЗДУХЕ.

Дибутилфталат $C_6H_4(COOC_4H_9)_2$- жидкость с мол.массой 278,35, т.кип 340°С, т.пл - 35°С, растворима в воде 0,04%, хорошо растворима в органических растворителях.

Диоктилфталат $C_6H_4(COOC_8H_{17})_2$- жидкость с мол.массой 390, т.кип. 380°С, т.пл. - 40°С не растворима в воде, хорошо растворима в органических растворителях.

Дидодецилфталат C_6H_4 $(COOC_{12}H_{25})_2$ - жидкость с мол.массой 502, т.кип 250- 260°С при 1,5 мм рт.ст., не растворима в воде, хорошо растворима в органических растворителях.

I. Общая часть

I. Определение основано на хроматографическом разделении фталатов в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зон локализации препаратов после последовательной обработки пластинок резорцином, серной кислотой и щелочью.

2. Предел обнаружения 2 мкг, 5 мкг, 7 мкг в анализируемом объеме соответственно для дибутил-, диоктил-, дидодецилфталата.

3. Предел обнаружения в воздухе 0,25 мг/м^3, 0,5 мг/м^3, I мг/м^3 соответственно для дибутил-, диоктил-, дидодецилфталата(расчетный).

4. Погрешность определения ± 9%.

5. Диапазон измеряемых концентраций:

дибутилфталата 0,25 - 7 мг/м^3

диоктилфталата 0,5 - 8 мг/м^3

дидодецилфталата I - I2 мг/м^3

6. Определению не мешают соединения свинца, цинка, меди, хлористый винил, непредельные соединения. Мешает бензилбутилфталат.

7. Предельно допустимая концентрация в воздухе дибутилфталата 0,5 мг/м^3, диоктилфталата I мг/м^3, дидодецилфталата 2 мг/м^3.

II. Реактивы и аппаратура.

8. Применяемые реактивы

Дибутилфталат, ч., ГОСТ 2I02-67

Диоктилфталат для хроматографии, х.ч., МРТУ 6-09-85I-63

Дидодецилфталат, ч., МРТУ 6-09-2740-65

Стандартные растворы в хлороформе с содержанием I мг/мл каждого из фталатов

Метилен хлористый, ч, МРТУ 6-09-5362-68

Резорцин,чда,ГОСТ 9945-62,40% раствор с добавлением 0,5 г хлористого цинка, чда, ГОСТ 4529-69

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 2I5-74

Этанол ГОСТ 5962-67

Силикагель КСК с зернением 5-25 мг

Гипс медицинский

9. Применяемые приборы и посуда

Аспирационное устройство

Поглотительные приборы с пористой пластинкой

Хроматографические камеры

Пульверизаторы стеклянные

Градуированные пипетки емкостью 0,1 мл с оттянутым концом, ГОСТ 1770-74

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770-74

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

Фарфоровые чашки емкостью 25 мл

Флоуриметр

Пластинка для хроматографирования. Стеклянную пластинку (9х12 см) промытую содой, хромовой смесью, дистиллированной водой, протирают этиловым спиртом и покрывают сорбционной массой. Для приготовления неподвижной фазы для одной пластинки смешивают 0,4 г силикагеля с 0,05 г медицинского гипса и приливают 1,7 мл воды. Нанесение сорбента на пластинку должно быть закончено за 1-2 мин, пластинку активируют в течение часа при температуре 105°С.

Ш. Отбор проб воздуха

10. Воздух со скоростью 0,5 л/мин аспирируют через поглотительный прибор с пористой пластинкой, наполненный 5 мл этилового спирта. Отбор проб проводят при охлаждении (вода + лед). Для определения 2 предельно допустимой концентрации следует отобрать 8 л воздуха, диоктилфталата 4 л воздуха, дидодецилфталата 2 л воздуха. Срок хранения проб 30 дней.

IУ. Описание определения

11. Содержимое поглотительных приборов переносят в фарфоровые чашки и упаривают на водяной бане при 40-50°С. Полученный остаток растворяют в 0,2-0,3 мл хлороформа и переносят в пробирки с притертыми пробками. На покрытую сорбентом пластинку с помощью микропипетки наносят на линию старта пробу по 0,01 мл и стандартные растворы смеси дибутил-, диоктил-, дидодецилфталата с содержанием

от 2,5,7 до 50,80 мкг соответственно. После испарения растворителя при комнатной температуре, пластинку помещают в хроматографическую камеру для разделения. В качестве подвижной фазы используют хлористый метилен. Разделение смеси длится 40–50 мин.

После того, как линия растворителя (линия фронта) достигнет соответствующей высоты (0,5 см от края пластинки), пластинку извлекают из камеры, сушат на воздухе до удаления растворителя.

Пятна фталатов после хроматографического разделения проявляют, орошая хроматограмму 20% раствором резорцина в этаноле, затем нагревают в течение 10 мин в термостате при 150°С. и после охлаждения пластинку орошают 4н раствором серной кислоты, вновь нагревают 20 мин при 120°С, а затем после охлаждения проявляют 40% раствором щелочи. Фталаты проявляются в виде желтых овальных пятен. Величины Rf для дибутил-, диоктил-, дидодецилфталата равны соответственно 0,56,- 0,76-, 0,86.

Количественное определение производят: а / по визуальному сравнению величины и интенсивности окрашенных пятен анализируемых фталатов с пятнами "свидетелей", полученных при хроматографировании эталонных образцов на этой же пластинке;

б/ по флоуресценции, для чего готовят стандартную шкалу, т.е. подвергают хроматографическому разделению "свидетели". После проявления хроматограммы зоны локализации соскабливают и переносят в колориметрические пробирки, наполненные 6 мл 0,1 н раствора щелочи. Пробирки энергично встряхивают и появившуюся флоуресценцию растворов измеряют на флоуриметре.

Для построения калибровочной кривой проводят пять параллельных измерений и по полученным средним данным строят графики зависимости оптической плотности от концентрации вещества.

Для определения содержания фталатов в пробах после их хроматографического разделения окраску каждого пятна элюируют, измеряют величину оптической плотности элюатов и с помощью графика находят количество каждого фталата в пробе.

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

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

g – количество фталата, 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