

2704-83

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

КОНТРОЛЬНЫЙ
ЭКЗЕМПЛЯР
ФГУЗ
ФГКЗ Роспотребнадзора

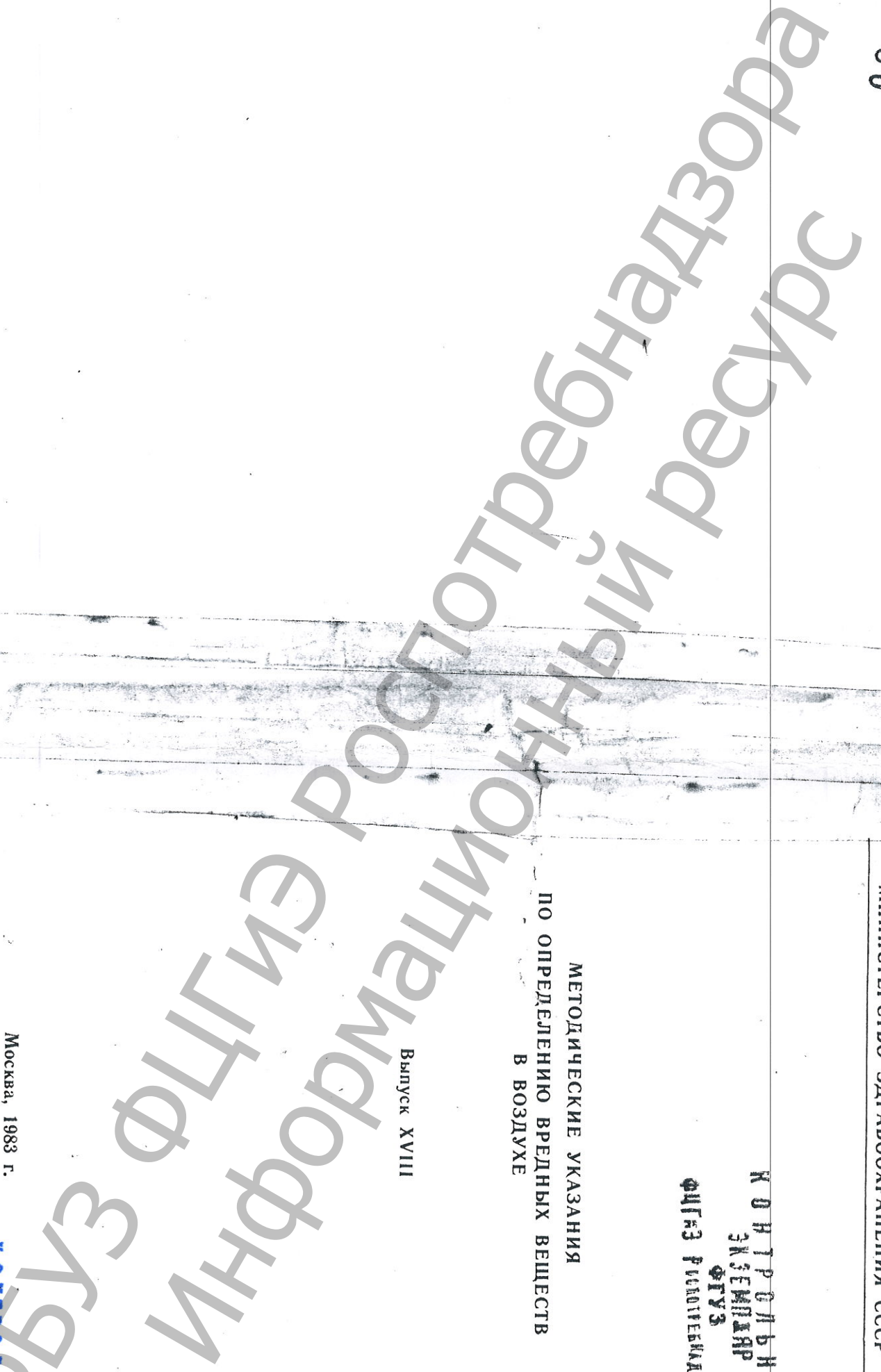
МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ
В ВОЗДУХЕ

Выпуск XVIII

Москва, 1983 г.

КОНТРОЛЬНЫЕ
ЭКЗЕМПЛЯРЫ
ФГУЗ
ФЦГиЗ Роспотребнадзора

100



Заместитель Главного государственного санитарного врача СССР

А.И. Замченко

№ *111111111* 1982 г.

№ *1374-83*

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ОПРЕДЕЛЕНИЮ МЕТИЛГОЛУЦИЛАТА, ДИНИЛА И ДИМЕТИЛ-ЭФИРАТАТА В ВОЗДУХЕ.

Таблица 8

Физико-химические свойства веществ.

Вещество	Формула	М	Растворимость	Т. кип.	Т. пл.	Агрегатное состояние
Метилголуцилат	<chem>CC(C)OC</chem>	150	Р. в этаноле, в эфире; н.р. в воде.	21	38	пары
Дифенил	<chem>c1ccc(cc1)-c2ccccc2</chem>	154,2	Р. в эфире, спирте; н.р. в воде.	254-255	71	пары
Дифенилоксид	<chem>c1ccc(cc1)Oc2ccccc2</chem>	170,2	Р. в эфире, этиловом спирте; н.р. в воде.	259	26	"
Диметил-эфиратат	<chem>CC(C)OC(=O)C</chem>	194,2	Р. в эфире, этиловом спирте, четыреххлористом угле-роде; н.р. в воде.	141-142		пары, аэрозоль

Динил - смесь дн. зинила и дифенилоксида в соотношении ~25:75

I. Общая часть

I. Отделение основано на использовании газожидкостной хроматографии на приборе с пламенно-ионизационным детектором.

2. Предел обнаружения динила и диметилэфиратата (ДМТ) 0,002 мкг, метилголуцилата 0,001 мкг в анализируемом объеме пробы.

3. Предел обнаружения в воздухе ДМТ - 0,05 мг/м³ (при отборе 20 л воздуха), динила - 5 мг/м³ (при отборе 0,1 л воздуха), метилголуцилата - 5 мг/м³ (при отборе 0,2 л воздуха).

4. Погрешность определения не превышает ± 10%.

5. Диапазон измеряемых концентраций: ДМТ 0,05-0,25 мг/м³; динила и метилголуцилата - 5-50 мг/м³.

6. Определены не мешают летучие спирты, ацетон, бензол, толуол, ксилол.

7. Предельно допустимая концентрация ДМТ - 0,1 мг/м³, динила - 10 мг/м³, метилголуцилата - 10 мг/м³.

II. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые реактивы и растворы.

Метилголуцилат, дифенил, ДМТ, дифенилоксид, хч.

Газообразные азот, водород и воздух в баллонах с редукторами.

Твердый носитель - хроматон М-Ав-ДМС, фракция 0,2-0,25 мм.

Жидкая фаза-Дуконил МР (метилдифенилдиоксисановое масло, 50% фенил), 15% от массы твердого носителя.

Четыреххлористый углерод, ГОСТ 20228-74, хч.

Изопропиловый спирт, ТУ 711-24-68, чдс.

Серная кислота, ГОСТ 4204-77, хч, с добавленной (1:1).

Клс офорт, ГОСТ 215-74, хч.

9. Применяемые сосуды и приборы.

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором.

Колонка стеклянная длиной 70 см и диаметром 4 мм.

Воздухозаборное устройство.

Микрошприц на 10 мкл.

Ротационный испаритель.

Поглотительные сосуды с пористой пластинкой № 1.

Фильтр-держатели.
Фильтры АФА-ВЛ-20.
Секундомер.
Литра измерительная.

III. Отбор пробы воздуха

10. Для определения аэрозоля ДМТ воздух протягивают через фильтр со скоростью 10 л/мин. Для определения концентрации на уровне 1/2 предельно допустимой концентрации необходимо отобрать 20 л воздуха.

Для определения паров ДМТ, динила, метилтолуилата в пробы отвали аэрозоля ДМТ воздух протягивают через систему фильтр-поглотительный сосуд с 5 мл изопропилового спирта со скоростью 0,5 л/мин при охлаждении /вода со льдом/.

Для анализа берут только содержимое поглотительного прибора. Для определения концентрации ДМТ на уровне 1/2 предельно допустимой концентрации отбирают 20 л воздуха, динила 200 мл воздуха, метилтолуилата 100 мл воздуха.

IV. Описание определения

11. Хроматон N-AW-ДМС5 /5г/ заливает в круглодонной колбе раствором дукколла № /0,75 г/ в хлороформе. Растворитель отгоняют под вакуумом на водяной бане с использованием ротационного испарителя. Сухой остаток под давлением или вакуумом надвигают колонку. Заполненную колонку кондиционируют в токе газа-носителя при температуре 200°C в течение 24 ч.

Фильтр с пробой ДМТ помещают в пробирку с прищепкой пробкой на 25 мл, заливает 5 мл изопропилового спирта и экстрагируют фильтр энергичным встряхиванием содержимого в течение 3 мин. Затем фильтр извлекают из жидкости, отжимают и доливают в пробирку двукратное количество воды, 1 мл четыреххлористого углерода, 1-2 капли раствора серной кислоты (1:1) для предотвращения пенообразования и смесь энергично встряхивают в течение 3 мин. Экстракт (нижний слой четыреххлористого углерода) хроматографируют.

Пробу, отобранную на пары ДМТ, динила, метилтолуилата переносят в пробирку на 25 мл с прищипыванной пробкой, доливают туда же двукратное количество воды, 1 мл четыреххлористого углерода, 1-2 капли серной кислоты (1:1) и далее ведут ход определения как указано выше при анализе смыва с фильтра. Аликвотную часть (2 мл) полученного раствора четыреххлористого углерода вводят через самоуплотняющуюся мембрану в испаритель хроматографа.

Условия анализа:

Длина колонки	70 см
Диаметр колонки	4 мм
Твердый носитель	Хроматон N-AW-ДМС5
Жидкая фаза	Дукколла № / 15% от веса носителя)
Температура колонки	120°C
Температура испарителя	250°C
Скорость газа-носителя азота	60 мл/мин
Скорость воздуха	300 мл/мин
Скорость диаграммной ленты	600 мл/ч
Объем пробы	2 мл
Продолжительность анализа	21 мин

Абсолютное время удерживания:

Метилгодулата	3 мин 30 с
Дифенила	10 мин 00 с
Дифенилоксида	13 мин 00 с
Диметилтерефталата	20 мин 24 с

Количественный анализ проводится методом абсолютной калибровки по площади пиков изучаемых веществ. Ввиду того, что дифенилоксида в диниле содержится больше, чем дифенила, в испытание смеси проносятся азетропичевски, т.е. о сохранении постоянного соотношения остаточных частей, то расчет содержания динила можно проводить по площади пиков дифенилоксида. Предварочные смеси для ДИТ в диниле о содержании 1,2,3,4,5 мкг. годулата с содержанием 0,5, 1,3,4,5 мкг вещества готовятся растворением в 5 мл изопропилового спирта. Затем растворы элюируются 1 мл четыреххлористого углерода в присутствии воды, как это описано выше в подученные растворы четыреххлористого углерода анализируются на хроматографе. Построение предварочного графика следует проводить по указанным содержаниям при 5 параллельных определенных для каждой концентрации. График строится в координатах: площадь пика (см²) - количество вещества (мкг/мл).

Экспонентрация динила, ДИТ и метилгодулата в воздухе в мкг/м³ (X) вычисляются по формуле:

$$X = \frac{G \cdot V}{V \cdot V_0}, \text{ где}$$

G - количество вещества, найденное по графику, мкг/мл.
 V₀ - общий объем пиксы, мл.

V - объем пробы, взятой для анализа, мл.
 V₀ - объем воздуха, л, отобранный для анализа, приведенный к стандартным условиям по формуле (см. приложение I).

ФБЭС Роспотребнадзора

Приведение объема воздуха к стандартным условиям проводится по следующей формуле:

$$V_{20} = \frac{V (273 + 20) \cdot P}{(273 + t) \cdot 101,33} \quad \text{где}$$

V - объем воздуха, отобранный для анализа, л

P - барометрическое давление, кПа (101,33 кПа = 760 мм рт.ст.)

t - температура воздуха в месте отбора пробы, °С

Для удобства расчета V_{20} следует пользоваться таблицей коэффициентов (приложение 2). Для приведения воздуха к стандартным условиям надо умножить V на соответствующий коэффициент.

100

Приложение 2

КОЭФФИЦИЕНТЫ

для приведения объема воздуха к стандартным условиям: температура +20°С и атмосферное давление 101,33 кПа

°С	Давление P, кПа										
	97,33	97,86	98,4	98,93	99,46	100	100,53	101,06	101,33	101,86	102,40
-30	1,1582	1,1646	1,1709	1,1772	1,1836	1,1899	1,1963	1,2026	1,2058	1,2122	1,2185
-26	1,1393	1,1456	1,1519	1,1581	1,1644	1,1705	1,1768	1,1831	1,1862	1,1925	1,1986
-22	1,1212	1,1274	1,1336	1,1396	1,1458	1,1519	1,1581	1,1643	1,1673	1,1735	1,1795
-18	1,1036	1,1097	1,1158	1,1218	1,1278	1,1338	1,1399	1,1460	1,1490	1,1551	1,1611
-14	1,0866	1,0926	1,0986	1,1045	1,1105	1,1164	1,1224	1,1284	1,1313	1,1373	1,1432
-10	1,0701	1,0760	1,0819	1,0877	1,0936	1,0994	1,1053	1,1112	1,1141	1,1200	1,1258
-6	1,0540	1,0599	1,0657	1,0714	1,0772	1,0829	1,0887	1,0945	1,0974	1,1032	1,1039
-2	1,0385	1,0442	1,0499	1,0556	1,0613	1,0669	1,0726	1,0784	1,0812	1,0869	1,0925
0	1,0309	1,0366	1,0423	1,0477	1,0535	1,0591	1,0648	1,0705	1,0733	1,0789	1,0846
+2	1,0234	1,0291	1,0347	1,0402	1,0459	1,0514	1,0571	1,0627	1,0655	1,0712	1,0767
+6	1,0087	1,0143	1,0198	1,0253	1,0309	1,0363	1,0419	1,0475	1,0502	1,0557	1,0612
+10	0,9944	0,9999	1,0054	1,0108	1,0162	1,0216	1,0272	1,0326	1,0353	1,0407	1,0462
+14	0,9806	0,9860	0,9914	0,9967	1,0021	1,0074	1,0128	1,0183	1,0209	1,0263	1,0316
+18	0,9671	0,9725	0,9778	0,9830	0,9884	0,9936	0,9989	1,0043	1,0069	1,0122	1,0175

Служба по вопросам соблюдения законодательства в сфере информационных ресурсов

№ п/п	Имя	100	100,53	101,06	101,33	101,86	102,40
+20	0,9605	0,9658	0,9711	0,9763	0,9816	0,9868	0,9921
+22	0,9539	0,9592	0,9645	0,9696	0,9749	0,9800	0,9853
+24	0,9475	0,9527	0,9579	0,9631	0,9683	0,9735	0,9787
+26	0,9412	0,9464	0,9516	0,9566	0,9618	0,9669	0,9721
+28	0,9349	0,9401	0,9453	0,9503	0,9555	0,9605	0,9657
+30	0,9288	0,9339	0,9391	0,9440	0,9482	0,9542	0,9594
+34	0,9167	0,9218	0,9268	0,9318	0,9368	0,9418	0,9468
+38	0,9049	0,9099	0,9149	0,9198	0,9248	0,9297	0,9347