

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

---

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ  
В ВОЗДУХЕ

Выпуск XVI

Москва, 1980

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 гигиении труда и профес-  
сиональной патологии".

### Выпуск XVI

Настоящие методические указания распро-  
страняются на определение содержания  
вредных веществ в воздухе промышленных  
помещений при санитарном контроле.

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

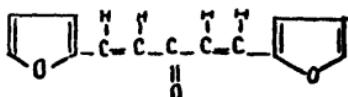
УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного государствен-  
го санитарного врача СССР*П.И.Чиж*

А.И.ЗАЙЧЕНКО

"23" *сентябрь* 1980 г.№ 2227-20

## МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

на ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИБУРБУРИЛДИНАЦЕТОНА  
В ВОЗДУХЕ

М.м. 214,0

Дибутилборилиденакетон - иглы желтого или оранжевого цвета, с Т.пл. 60°C, плотностью 1,21, хорошо растворим в полярных органических растворителях. Агрегатное состояние в воздухе - пары.

## I. Общая часть

1. Определение основано на использовании газожидкостной хроматографии на приборе с детектором по захвату электронов. Отбор проб с концентрированием.

2. Предел обнаружения 0,01 мкг в анализируемом объеме раствора.

3. Предел обнаружения 0,5 мг/м<sup>3</sup> (при отборе 20 л воздуха)

4. Погрешность определения ± 14,7%

5. Диапазон измеряемых концентраций 0,5 - 200 мг/м<sup>3</sup>

6. Определению не мешают фурфурол, бутиловый спирт, монобурбурсиденакетон и ацетон.

7. Предельно допустимая концентрация в воздухе 10 мг/м<sup>3</sup>

## II. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые реактивы:

Дифурбурилиденакетон, перекристаллизованный из петролейного эфира. Готовят стандартный раствор ДБА в бензоле (10 мкг/мл)

Хроматон НАШ-НМД с зернением 0,16-0,20 мм

Силиконовый эластомер СЕ-30

Петролейный эфир с температурой кипения 40-60° ГОСТ II992-66

Бензол х.ч., ГОСТ 5955-75

Силикагель марки АСИ (размер частиц 0,7-1,0 мм), обработанный минеральными кислотами, очищенный, проактивированный

Вата обезжиренная

Газообразный азот марки "ОСЧ" в баллоне с редуктором

9. Применяемые посуда и приборы

Хроматограф с детектором по захвату электронов.

Стеклянная колонка длиной 1 м, диаметром 0,35 см

Гофрированные трубы стеклянные, патигариковые с длиной 55 мм (рабочая длина), диаметр входного отверстия 6 мм, выходного 5 мм. Трубы заполняются силикагелем марки АСИ. Первый шарик заполняется обезжиренной ватой, остальные силикагелем 1,5 г.

Аспирационное устройство

Вакуумный испаритель ИР-І

Набор сит "Физприбор"

Вакуумный насос

Фарфоровые чашки, ГОСТ 9147-59

Посуда лабораторная, стеклянная по ГОСТ 1770-74

Колбы для концентрирования проб на 50 мл

Баня водяная

Микропризы типа М-10

## Секундомер

Лупа и линейка измерительные.

### Ш. Отбор проб воздуха

10. Воздух со скоростью 1 л/мин аспирируют через трубы с силикагелем. Для определения 0,5 ПДК достаточно отобрать 2 л воздуха. Трубку закрывают с обоих сторон заглушками. Срок хранения пробы 1 сутки.

### IV. Описание определения

11. Хроматографическую колонку заполняют готовой насадкой: хроматон № - АW<sup>4</sup> - НИД\$ с 5% SE-30 с применением слабого вакуума. Колонку кондиционируют при скорости азота 1 л/час и температуре термостата колонок 250<sup>0</sup>С в течение 3-4 часов без подключения детектора. Общую подготовку прибора проводят согласно инструкции.

К гофрированной трубке присоединяют небольшую воронку, промывают 20 мл бензола против потока поглощения и отгоняют бензол с помощью ротационного испарителя или выпаривают в чашке при 60<sup>0</sup> до объема 1 мл. Вводят в испаритель хроматографа 2 мкл раствора.

#### Условия анализа:

Длина колонки	1 м
Диаметр колонки	3,5 мм
Твердый носитель	Хроматон № - АW <sup>4</sup> - НИД\$
Жидкая фаза	SE-30
Температура колонки	210 <sup>0</sup> С
Температура испарителя	220 <sup>0</sup> С
Температура детектора	250 <sup>0</sup> С
Газ-носитель	азот особой чистоты
Скорость потока газа-носителя	3 л/час
Скорость диаграммной ленты	0,6 см/мин
Объем вводимой пробы	2 мкл

Абсолютное время удерживания 2 мин 15 сек.

Количественное определение проводят по соотношению: площадь пика - концентрация стандарта и пробы. Содержание дифурфурилиденацетона (X) в мг/м<sup>3</sup> воздуха вычисляют по формуле:

$$X = \frac{S_{cm} \cdot S_{pr} \cdot V_1}{S_{am} \cdot V \cdot V_{20}}, \text{ где}$$

$S_{cm}$  - количество дифурфурилиденацетона в стандарте, введенное в хроматограф, мкг

$S_{pr}$  - площадь пика анализируемой пробы, мм<sup>2</sup>

$V$  - общий объем раствора, мл

$S_{am}$  - площадь пика стандартной пробы, мм<sup>2</sup>

$V$  - объем пробы, вводимой в хроматограф, мл

$V_{20}$  - объем воздуха, в л, отобранный 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)

$t^\circ$  - температура воздуха в месте отбора пробы,  $^{\circ}\text{C}$

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

## КОЭФФИЦЕНТЫ

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

C	Давление Р, кПа										
	97,33	97,86	98,4	98,93	99,46	100	100,53	101,06	101,33	101,66	102,40
J	I,1582	I,1646	I,1709	I,1772	I,1836	I,1699	I,1963	I,2026	I,2058	I,2122	I,2185
6	I,1393	I,1456	I,1519	I,1581	I,1644	I,1705	I,1768	I,1831	I,1862	I,1925	I,1986
2	I,1212	I,1274	I,1336	I,1396	I,1458	I,1519	I,1581	I,1643	I,1673	I,1735	I,1795
3	I,1036	I,1097	I,1158	I,1218	I,1278	I,1338	I,1399	I,1460	I,1490	I,1551	I,1611
4	I,0866	I,0926	I,0986	I,1045	I,1105	I,1164	I,1224	I,1284	I,1313	I,1373	I,1432
D	I,0701	I,0760	I,0819	I,0877	I,0936	I,0994	I,1053	I,1112	I,1141	I,1200	I,1258
	I,0540-	I,0599	I,0657	I,0714	I,0772	I,0829	I,0887	I,0945	I,0974	I,1032	I,1099
	I,0385	I,0442	I,0499	I,0556	I,0613	I,0669	I,0726	I,0784	I,0812	I,0869	I,0925
	I,0309	I,0366	I,0423	I,0477	I,0535	I,0591	I,0648	I,0705	I,0733	I,0789	I,0846
	I,0234	I,0291	I,0347	I,0402	I,0459	I,0514	I,0571	I,0627	I,0655	I,0712	I,0767
	I,0087	I,0143	I,0198	I,0253	I,0309	I,0363	I,0419	I,0475	I,0502	I,0557	I,0612
J	0,9944	0,9999	I,0054	I,0108	I,0162	I,0216	I,0272	I,0326	I,0353	I,0407	I,0462
1	0,9806	0,9860	0,9914	0,9967	I,0021	I,0074	I,0128	I,0183	I,0209	I,0263	I,0316
3	0,9671	0,9725	0,9778	0,9830	0,9884	0,9936	0,9989	I,0043	I,0069	I,0122	I,0175
J	0,9605	0,9658	0,9711	0,9763	0,9816	0,9868	0,9921	0,9974	I,0000	I,0053	I,0105
Z	0,9539	0,9592	0,9645	0,9696	0,9749	0,9800	0,9853	0,9906	0,9932	0,9985	I,0036
1	0,9475	0,9527	0,9579	0,9631	0,9683	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	0,9917	0,9968
3	0,9412	0,9464	0,9516	0,9566	0,9618	0,9669	0,9721	0,9773	0,9799	0,9851	0,9902
J	0,9349	0,9401	0,9453	0,9503	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785	0,9836
J	0,9288	0,9339	0,9391	0,9440	0,9492	0,9542	0,9594	0,9645	0,9670	0,9723	0,9772

I	II	2	III	3	IV	5	VI	7	VII	8	VIII	9	VII	10	VII	II	VII	12			
+34		0,9167		0,9218		0,9268		0,9318		0,9368		0,9418		0,9468		0,9519		0,9544		0,9595	0,9644
+38		0,9049		0,9099		0,9149		0,9198		0,9248		0,9297		0,9347		0,9397		0,9421		0,9471	0,9520