

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ
В ВОЗДУХЕ

Выпуск XVI

**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.,
Набихев М.Н., Дзякова Г.А., Озечкин В.Г.

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР

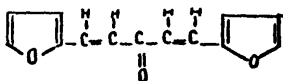
Валерий А.И. ЗАИЧЕНКО

"23" сентября 1980 г.

№ 2227-80

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

НА ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИФУРФИРИЛИДЕНАЦЕТОНА
В ВОЗДУХЕ



М.м. 214,0

Дифурфурилиденацетон - иглы желтого или оранжевого цвета, o Т.пл. 60°C , плотность 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 растворителя.

3. Предел обнаружения $0,5 \text{ мкг/м}^3$ (при отборе 20 л воздуха)

4. Погрешность определения $\pm 14,7\%$

5. Диапазон измеряемых концентраций 0,5 - 200 мкг/м^3

6. Определению не мешают фурфурол, фурфурольный спирт, монофурфурилиденацетон и ацетон.

7. Предельно допустимая концентрация в воздухе 10 мг/м³

II. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые реактивы:

Дифурфурилиденацетон, перекристаллизованный из петролейного эфира. Готовят стандартный раствор ДФА в бензоле (10 мг/мл)

Хроматон *NAW-HM*₂ с зернением 0,16-0,20 мм

Силиконовый эластомер *SE-30*

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

Бензол х.ч., ГОСТ 5955-75

Силикагель марки АСМ (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 прибор

Хроматограф с детектором по захвату электронов.

Стеклопаяная колонка длиной 1 м, диаметром 0,35 см

Гофрированные трубки стеклянные, пятишариковые с длиной 55 мм (рабочая длина), диаметр входного отверстия 6 мм, выходного 5 мм. Трубки заполняются силикагелем марки АСМ. Первый шарик заполняется обезжиренной ватой, остальные силикагелем 1,5 г.

Аспирационное устройство

Вакуумный испаритель ИР-1

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

Микрошприцы типа МШ-10

Секундомер

Лупа и линейка измерительные.

III. Отбор проб воздуха

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

IV. Описание определения

11. Хроматографическую колонку заполняют готовой насадкой: хроматон М-АМ - НЦДЗ с 5% SE-30 с применением слабого вакуума. Колонку кондиционируют при скорости азота 1 л/час и температуре термостата колонок 250°C 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 о пленкой ротационного испарителя или выпаривают в чашке при 60°C 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 М-АМ -НЦДЗ
Жидкая фаза	SE-30
Температура колонки	210°C
Температура испарителя	220°C
Температура детектора	250°C
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 дифурфурилденацетона (X) в мг/м³ воздуха вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G_{ст} S_{пр} \cdot V_1}{S_{ст} \cdot V \cdot V_{20}}, \text{ где}$$

$G_{ст}$ — количество дифурфурилденацетона в стандарте, введенное в хроматограф, мкг

$S_{пр}$ — площадь пика анализируемой пробы, мм²

V_1 — общий объем раствора, мл

$S_{ст}$ — площадь пика стандартной пробы, мм²

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° – температура воздуха в месте отбора проб, °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.

КОЭФФИЦИЕНТЫ

для приведения объема воздуха к стандартным условиям: температура +20°C 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	1,1899	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
3	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
3	0,9412	0,9464	0,9516	0,9566	0,9618	0,9669	0,9721	0,9773	0,9799	0,9851	0,9902
3	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	10	11	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