МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

Выпуск XVI

Москва, 1980

ИЗДАНИЕ ЭКСПЕРТИЗНОЕ

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".

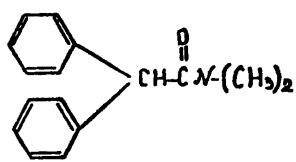
Выпуск XVI

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., Овечкин В.Г.

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Главного государственного санитарного врача СССР
_____ А.И.ЗАИЧЕНКО
"23" сентября 1980 г.
№ 2226 80

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИФЕНАМИДА В ВОЗДУХЕ



М.м. 239,17

Дифенамид- *N,N* – диметил- 2,2-дифенилацетамид – белое кристаллическое вещество с Т.пл. 134,5 – 135,5°С, летучестью при 20° – 2,49 мг/м³, хорошо растворимо в ацетоне, ксилоле, диметилформамиде, этиловом спирте, слабо растворимо в воде и нерастворимо в гексане, устойчиво к действию ультрафиолетовых лучей . Агрегатное состояние в воздухе – аэрозоль.

I. Общая часть

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

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

3. Предел обнаружения 0,5 мг/м³ (при отборе I0л воздуха)

4. Погрешность обнаружения ± 2,43%

5. Диапазон измеряемых концентраций 0,5 – 5 мг/м^3

6. Определению не мешают исходные продукты синтеза: дифенилуксусная кислота и дихлорфенилэтилен.

7. Предельно допустимая концентрация в воздухе 5 мг/м^3.

II. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые реактивы и растворы

Инертон AW 0,25 – 0,315 мм

Метилсиликоновый полимер SE-30

Спирт этиловый ГОСТ 5963-67

Стандартный раствор дифенамида в этиловом спирте с содержанием препарата 10 мкг/мл. Срок хранения 6 дней.

Газообразный гелий, водород и воздух в баллонах с редукторами.

9. Применяемые посуда и приборы

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором.

Хроматографическая колонка стеклянная длиной 2 м, внутренним диаметром 3,5 мм

Фильтры АФА-ХА-20

Фильтродержатели

Аспирационное устройство

Микрошприц

Секундомер, ГОСТ 5072-72

Баня водяная

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 50 и 100 мл

Пипетки ГОСТ 1770-74, емкостью 1 мл и 10 мл с делением на 0,01 и 0,1 мл

Колбы конические, ГОСТ 10394-72, емкостью 100 мл с притертой трубкой

Линейка и лупа измерительные

Компрессор

III. Отбор проб воздуха

10. Воздух со скоростью 5 л/мин аспирируют через фильтр, укрепленный в фильтродержателе. Для определения 1/2 предельно допустимой концентрации следует отобрать 2 л воздуха.

IУ. Описание определения

11. Хроматографическую колонку механически или с применением газа под давлением заполняют Инертоном AW, пропитанным 5%-ным метилсиликоновым полимером SE-30, устанавливают в термостат хроматографа и кондиционируют 6-10 часов, продувая колонку газом-носителем со скоростью 20-25 мл/мин, при температуре 280°С. Колонку в период продувки отсоединяют от детектора.

Фильтр АФА-ХА с пробой обрабатывают 5 мл этилового спирта в течение 20 минут. Фильтр отжимают, экстракт сливают в пробирку и упаривают растворитель до объема 0,5-1,0 мл.

У. Описание определения

12. Подготовленную хроматографическую колонку присоединяют к детектору. Промывают микрошприц 8-10 раз анализируемым экстрактом. 1,0 мкл пробы вводят шприцом через самоуплотняющуюся мембрану и одновременно включают секундомер.

Условия анализа:

Длина колонки 2 м

Диаметр колонки 3,5 мм

Твердый носитель Инертон - AW, 0,25 - 0,315 мм

Жидкая фаза SE-30

Температура колонки 240°С, режим изотермический

Температура испарителя 280°С

Температура детектора 260°С

Газ-носитель гелий, скорость 55 мл/мин

Скорость потока водорода 50 мл/мин

Скорость диаграммной ленты 360 мм/мин

Масштаб работы ПИД I :2000

Объем вводимой пробы I–2 мкл

Абсолютное время удерживания I мин 28 сек

Линейность детектирования сохраняется в пределах 0,0I–0,I мкг

Хроматографирование экстракта одной пробы проводят трижды.

Построение калибровочного графика проводят при соблюдении всех условий анализа. Через самоуплотняющую мембрану дозатора вводят микрошприцом, предварительно промытым 5–6 раз – I, 2, 4, 6, 8 и I0 мкл стандартного раствора, что соответствует 0,0I; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08 и 0,I мкг (трижды для каждого разведения).

Количественное определение проводят методом соотношения со стандартами, по высоте пиков. Содержание дифенамида в мг/м^3 воздуха (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{H_x \cdot C_{ст} \cdot V_1}{H_{ст} \cdot V \cdot V_{20}} \text{ мг/м}^3, \text{ где}$$

H_x – высота пика анализируемой пробы в мм

$H_{ст}$ – высота пика стандарта в мм

$C_{ст}$ – содержание дифенамида в стандарте, мкг

V_1 – общий объем раствора, мкл

V – объем пробы, вводимой в хроматограф, мкл

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 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