

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.

УТВЕРДЛАО

Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР

Панчук А.И. ЗАЙЧЕНКО
"23" ссср 1980 г.
з 2224

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
 НА ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИ-/3-МЕТИЛГЕКСИФТАЛАТА/
 В ВОЗДУХЕ

Ди-/3-метилгексифталат/ - $C_6H_4/COOC_7H_{15}/_2$ - маслянистая жидкость, мол. масса 362, удельный вес 1,486, хорошо растворима в органических растворителях, растворимость в воде 0,01%.

I. Общая часть

Определение основано на хроматографировании ди-/3-метилгексифталата/ в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зоны локализации соединения после последовательной обработки пластиною резорцином, серной кислотой и щелочью.

2. Предел обнаружения 5 мкг в анализируемом объеме.
3. Предел обнаружения в воздухе 0,5 мг/м³ (расчетный)
4. Погрешность определения $\pm 9\%$
5. Диапазон измеряемых концентраций 0,5 - 5 мг/м³.
6. Определению не мешают диметил-, диэтил-, бензилбутил-, дигидрофталаты, спирты, соединения свинца, цинка, кадмия. Мешают определению диоктилифталат, дидодецилфталат.
7. Предельно допустимая концентрация в воздухе 1 мг/м³.

II. Реактивы и аппаратура.

8. Применяемые реагенты

Ди-/3-метилгексилфталат/, х.ч.

Стандартный раствор ди-/3-метилгексилфталата/ в хлороформе с содержанием 1 мг/мл.

Бензол, чда, ГОСТ 5955-75

Этилацетат, х.ч., МРТУ 6-09-615-70

Резорцин, чда, ГОСТ 9945-62, 20% раствор в этаноле с добавлением 0,5 г хлористого цинка

Едкое кали, чда, ГОСТ 4203-65, 40% раствор и 0,1 н раствор

Кислота серная, чда, ГОСТ 4204-66, 4 н раствор

Хлороформ, чда, ГОСТ 215-74

Этанол ГОСТ 5963-67

Цинк хлористый, чда, ГОСТ 4529-69

Силикагель КСК с зернением 5-25 мк

Гипс медицинский.

9. Применяемые приборы и посуда

Аспирационное устройство

Поглотительные приборы с пористой пластинкой

Пульверизаторы стеклянные

Хроматографические камеры

Градуированные пипетки на 0,1 мл с оттянутым концом, ГОСТ 1770-7

Посуда лабораторная, стеклянная по ГОСТ 1770-74

Лампа ПРК-4 или ПРК-2 с фильтром № 3 (стекло Вула)

Фарфоровые чашки ёмкостью 25 мл

Флюориметр

Пластинка для хроматографирования.

Стеклянную пластинку (9 x 12), промытую содой, хромовой смесью и дистиллированной водой, протирают этиловым спиртом и покрывают сорбционной массой. Для приготовления неподвижной фазы для одной пластиинки (9x12) смешивают 0,4 г силикагеля и 0,05 г гипса и приливают 1,7 мл воды. Нанесение сорбента на пластиинку должно быть закончено за 1-2 мин, пластиинку активируют в течение часа при темп. 105°C.

III. Отбор проб воздуха.

10. Воздух со скоростью 0,5 л/мин аспирируют через поглотительный прибор, наполненный 5 мл этилового спирта. Отбор проб проводят при охлаждении (вода + лед). Для определения 1/2 предельно допустимой концентрации следует отбрасывать 10 л воздуха. Срок хранения отобранных проб 30 дней при темп. не выше 20°C.

IV. Описание определения

II. Содержимое поглотительных приборов переносят в фарфоровые чашки и упаривают в вытяжном шкафу до удаления этанола. Полученный остаток растворяют в 0,2 мл хлороформа. На покрытую сорбентом пластиинку с помощью микропипетки наносят на линию старта всю пробу по 0,01 мл многократным нанесением и стандартный раствор ди-/3-метилгексилфталата/ в количестве от 5 мкг до 50 мкг. После испарения растворителя при комнатной температуре, пластиинку помещают в камеру с подвижной фазой, состоящей из системы растворителей бензок-этилацетат /95:5/. После того, как линия растворителя достигнет соответствующей высоты (0,5 см от края пластиинки), пластиинку извлекают из камеры, сушат на воздухе до удаления растворителя. Пятна ди-/3-метилгексилфталата/ проявляют, орошая хроматограмму 20% раствором резорцина в этаноле, затем нагревают в течение 10 мин.

в термостате при 150° С и после охлаждения пластиинку орошают 4 л раствором серной кислоты, вновь нагревают 20 мин при 120° С, а затем после охлаждения проявляют 10% раствором щелочи. Ди-/3-метилгексилфталат/ проявляется в виде желтого овального пятна с R_f равным 0,80. Количественное определение производят:

- по визуальному сравнению величины и интенсивности окрашенного пятна с пятнами стандартных растворов, получаемых при хроматографировании эталонных образцов на этой же пластиинке,
- по флуоресценции, для чего готовят стандартную шкалу ди-/3-метилгексилфталата/ с содержанием 5-10-20-40-50 мкг. После обнаружения пятна зоны локализации соскабливают, переносят в колориметрические пробирки, наполненные 6 мл 0,1 н раствором щелочи. Пробирки энергично встряхивают и потягиваясь флуоресценцию измеряют на флюориметре. Для построения калибровочной кривой проводят пять параллельных измерений каждой концентрации. Опыты повторяют и по полученным средним данным строят градиуровочные графики зависимости оптической плотности от концентрации ди-/3- метилгексилфталата/. Для определения содержания ди-/3-метилгексилфталата/ в пробах после их хроматографического разделения окраску каждого пятна алюируют, измеряют величину оптической плотности алюратов и с помощью графика находят количество ди-/3-метилгексилфталата / в пробе.

Концентрацию ди-/3-метилгексилфталата/ в мг/м³ воздуха (X) вычисляют по формуле: $X = \frac{g \cdot V}{V \cdot V_{20}}$, где

g - количество ди-/3-метилгексилфталата/, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг

V - 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, $^{\circ}\text{C}$

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