

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

*А.И. ЗАМЧЕНКО* А.И. ЗАМЧЕНКО

"23" *сентября* 1980 г.

№ *2222-80*

# МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИБУТИЛФТАЛАТА И ДИОКИЛФТАЛАТА В ВОЗДУХЕ

Дибутылфталат  $C_6H_4(COOC_4H_9)_2$  — жидкость с мол.массой 278,35, растворимость в воде 0,04%, хорошо растворима в орг.растворителях, т.кип. 340°C, т.пл. — 35°C.

Диокилфталат  $C_6H_4(COOC_8H_{17})_2$  — жидкость с мол.массой 390, в воде не растворима, хорошо растворима в орг.растворителях, т.кип. 386°C, т.пл. — 40°C.

## I. Общая часть

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

2. Предел обнаружения дибутылфталата 0,005 мкг, диокилфталата 0,01 мкг в анализируемом объеме.

3. Предел обнаружения в воздухе для дибутылфталата 0,25 мг/м<sup>3</sup>, для диокилфталата 0,5 мг/м<sup>3</sup>.

4. Погрешность определения ± 9,8%

5. Диапазон измеряемых концентраций для дибутылфталата 0,25 — 5 мг/м<sup>3</sup>, для диокилфталата — 0,5 — 16 мг/м<sup>3</sup>.

6. Определению не мешают микроконцентрации органических раст-

ворителей, свинец, кадмий, мешают определению диметилфталат, дибутилфталат.

7. Предельно допустимая концентрация в воздухе дибутилфталата  $0,5 \text{ мг/м}^3$ , диоктилфталата  $1 \text{ мг/м}^3$ .

## II. Реактивы и аппаратура.

### 8. Применяемые реактивы

Дибутилфталат, ч, ГОСТ 2102-67

Диоктилфталат, х.ч., МРТУ 6-09-85I-63

Спирт этиловый ГОСТ 5963-67

Хлороформ ГОСТ 215-74, чда

Хроматон *NAW-NMDS* фракция 0,250-0,315 мм

Силиконовый эластомер Е-30I

Газообразные азот, водород, воздух в баллонах с редукторами.

### 9. Применяемые приборы и посуда

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором.

Колонка из нержавеющей стали длиной 3 м, диаметром 3 мм

Аспирационное устройство

Поглотительные приборы с пористой пластинкой

Набор сит "Физприбор"

Микрошприцы типа МШ-I и МШ-10, емкостью 1 мл и 10 мл.

Компрессор вакуумный

Посуда лабораторная, стеклянная по ГОСТ 1770-74

Чашки фарфоровые, емкостью 25 мл

Линейка и лупа измерительные

Секундомер

## III. Отбор проб воздуха

10. Воздух со скоростью  $0,5 \text{ л/мин}$  аспирируют через поглотитель-

ный прибор с пористой пластинкой, наполненный 5 мл этилового спирта. Для определения 1/2 предельно допустимой концентрации следует отобрать 10 литров воздуха. Отбор проб при охлаждении (вода + лед). Отобранные пробы могут храниться в течение месяца.

#### IV. Описание определения.

II. Колонку заполняют хроматом *NAW-HMDS* 0,5% силиконового эластомера E-30I под вакуумом, кондиционируют при 300°C в течение 20 часов в токе азота. Осущ. подготовку прибора проводят согласно инструкции.

Содержимое поглотительных приборов переносят в фарфоровые чашки, ополаскивая поглотительные приборы 1 мл спирта и упаривают до удаления спирта при температуре не выше 40°C. Полученный остаток растворяют в 0,5 мл хлороформа и 1 мкл раствора анализируют, осу-ществляя ввод пробы через самоуплотняющуюся мембрану испарителя.

#### Условия анализа:

Длина колонки	3 м
Диаметр колонки	3 мм
Твердый носитель	Хроматон <i>NAW-HMDS</i>
Жидкая фаза	OV-1 (5% от веса носителя)

Температура колонки 190°C для дибутилфталата, 220°C для диоктилфталата

#### Температура испарителя 270°C

Скорость потока газа-носителя (азота)	30 мл/мин
Скорость потока водорода	40 мл/мин
Скорость потока воздуха	400 мл/мин
Скорость диафрагмной жигги	10 мл/мин
Объем вводимой пробы	1 мкл

Время удерживания дибутилфталата 3 мин 5 сек, диоктилфталата 9 мин 5 сек.

Количественный расчет проводят методом абсолютной калибровки. Для построения калибровочной кривой готовят смесь стандартных растворов дибутил-, диоктилфталата в хлороформе с содержанием дибутилфталата 0,005 мг/мл, 0,01 мг/мл, 0,02 мг/мл, 0,04 мг/мл, 0,08 мг/мл, 0,1 мг/мл, диоктилфталата 0,01 мг/мл, 0,02 мг/мл, 0,04 мг/мл, 0,08 мг/мл, 0,16 мг/мл, 0,32 мг/мл. Построение калибровочной кривой необходимо проводить по 5-6 точкам, проводя пять параллельных измерений, для каждой концентрации. Введение 1 мкл раствора будет соответствовать содержанию дибутилфталата 0,005 мкг, 0,01 мкг, 0,02 мкг, 0,04 мкг, 0,08 мкг, 0,1 мкг; диоктилфталата 0,01 мкг, 0,02 мкг, 0,04 мкг, 0,08 мкг, 0,16 мкг, 0,32 мкг. Условия анализа и калибровки должны быть идентичны.

Концентрацию дибутил- и диоктилфталата в воздухе ( $X$ ) в мг/м<sup>3</sup> вычисляют по формуле:

$$X = \frac{g \cdot V}{V_i \cdot V_{20}}, \text{ где}$$

$g$  - количество вещества, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг

$V_i$  - 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)

$t^\circ$  – температура воздуха в месте отбора проб,  $^\circ\text{C}$

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



## 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