

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.,
Набзев М.Н., Дьякова Г.А., Озечкин В.Г.

УТВЕРЖДАЮ

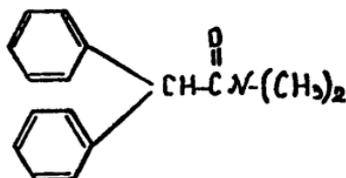
Заместитель Главного государственного санитарного врача СССР

А.И. ЗАМЧЕНКО

"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 - 135,5⁰С, летучесть при 20⁰ - 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

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

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

3. Предел обнаружения 0,5 мг/м³ (при отборе 10л воздуха)

4. Погрешность обнаружения ± 2,43%

5. Диапазон измеряемых концентраций 0,5 - 5 мг/м³

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

7. Предельно допустимая концентрация в воздухе 5 мг/м³.

II. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые реактивы и растворы

Инертон АW^А 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, емкость 50 и 100 мл

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

Колбы конические, ГОСТ 10394-72, емкость 100 мл с шлифованной 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 $I/2$ предельно допустимой концентрации следует отобрать 2 л воздуха.

IV. Описание определения

11. Хроматографическую колонку механически или с применением газа под давлением заполняют Инертном AW^A , 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 $280^{\circ}C$. 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.

V. 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^A , 0,25 - 0,315 мм

Жидкая фаза SE-30

Температура колонки $240^{\circ}C$, режим изотермический

Температура испарителя $280^{\circ}C$

Температура детектора $260^{\circ}C$

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 0,01-0,1 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 - 1, 2, 4, 6, 8 и 10 мкл стандартного раствора, что соответствует 0,01; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08 и 0,1 мкг (трижды для каждого разведения).

Количественное определение проводят методом соотношения со стандартами, по высоте пиков. Содержание дифенамида в мг/м³ 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, $^\circ\text{C}$

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

К О Э Ф Ф И Ц Е Н Т Ы

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

| С | Давление P, 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 |
| 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 | 1,1090 |
| | 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 |