

Газохроматографическое измерение концентраций 2-бензилбензоксазола в воздухе рабочей зоны

Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

УТВЕРЖДЕНО

Председатель Госкомсанэпиднадзора России
Главный государственный санитарный врач
Российской Федерации

Е.Н. Беляев

8 июня 1996 г.

МУК 4.1.0.411-96

Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Газохроматографическое измерение концентраций 2-бензилбензоксазола в воздухе рабочей зоны

М. м. 209,25

2-бензилбензоксазол - бесцветная или желтоватая кристаллическая масса с приятным стойким запахом зелени. $T_{пл.} - 29 - 30\text{ }^{\circ}\text{C}$; $T_{кип.} - 175\text{ }^{\circ}\text{C}/9\text{ мм рт. ст.}$; $138 - 140\text{ }^{\circ}\text{C}/2\text{ мм рт. ст.}$; $n_D^{20} - 1,5990$; растворим в этаноле и других органических растворителях, в воде не растворим. Давление насыщенных паров - $1,23 \cdot 10^{-5}$ мм рт. ст.

В воздухе находится в виде паров и аэрозоля.

Умеренно токсичное соединение, обладает слабым раздражающим действием. Кожно-резорбтивное, кумулятивное и сенсibiliзирующее действие не выявлено.

ОБУВ в воздухе рабочей зоны - 5 мг/м^3 .

Характеристика метода

Метод основан на использовании газовой хроматографии на приборе с пламенно-ионизационным детектором. Отбор проб проводится с концентрированием в н-октан и на фильтр.

Предел измерения в анализируемом объеме (1 мкл) - 0,025 мкг.

Нижний предел измерения в воздухе - $2,5\text{ мг/м}^3$ (при отборе 10 л воздуха)

Диапазон измеряемых концентраций - от 2,5 до 100 мг/м^3 .

Определению не мешает: -о-аминофенол и фенилацетамид.

Суммарная погрешность измерения не превышает $\pm 20\%$.

Время выполнения измерения, включая отбор пробы, - 30 мин.

Приборы, аппаратура, посуда

Газовый хроматограф

с пламенно-ионизационным детектором

Колонка из нержавеющей стали,

длиной 1,5 м и внутренним диаметром 3 мм

Электроаспиратор М-822

МРТУ 42-862-64

Микрошприц МШ-10м

ТУ 2.833-106

Колбы мерные, вместимостью 25 и 50 мл

ГОСТ 1770-74

Пипетки, вместимостью 2,5 и 10 мл

ГОСТ 20292-74

Фильтродержатель

ТУ 95-72-05-77

Весы аналитические типа ВЛА и ВЛР

Линейка и лупа измерительные

Секундомер

ГОСТ 5072-79

Поглотительные сосуды с пористой
пластинкой № 2

Реактивы, растворы, материалы

2-бензилбензоксазол, с содержанием

основного вещества 98,5 % н-октан

ТУ 6-09-3748-74

Инертон АW-ДМС (фракция 0,20 - 0,25 мм),

пропитанный 5 %-ным SE-30 («Хемакол», ЧСФР)

- насадка хроматографической колонки

Газообразные азот

ГОСТ 9293-74

водород ГОСТ 3022-70

воздух (компрессор) или в баллонах

с редукторами

ГОСТ 11882-73

Фильтры типа АФА ВГ-20

ТУ 957181-76

Стандартный раствор 2-бензилбензоксазола с концентрацией 100 мкг/мл готовят растворением 25 мг вещества 25 мл н-октана. Градуировочные растворы с концентрациями 5, 10, 25, 50, 100 и 200 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением основного стандартного раствора октаном. Растворы устойчивы в течение 2 недель.

Отбор пробы воздуха

Воздух с объемным расходом 1 л/мин аспирируют через систему, состоящую из фильтра типа АФА-ВГ-20, помещенного в патрон, и последовательно соединенного с ним поглотительного прибора с пористой пластинкой, заполненного 5 мл октана.

Для определения 1/2 ПДК достаточно отобрать 10 л воздуха. Отобранные пробы устойчивы при хранении в холодильнике (4 °С) в течение 5 суток.

Подготовка к измерению

Хроматографическую колонку заполняют готовой насадкой с использованием вакуумного насоса и механической вибрации. Колонку кондиционируют в токе азота путем последовательного нагрева при температуре 100, 160 и 220 °С в течение 4 ч при каждой температуре. После этого колонку подсоединяют к детектору и снижают температуру до рабочей. Общую подготовку прибора к работе проводят согласно инструкции.

Для количественного определения используют метод абсолютной калибровки. Для этого в испаритель хроматографа вводят по 5 мкл градуировочных растворов 2-бензилбензоксазола с концентрацией 5 - 200 мкг/мл.

По полученным результатам строят градуировочный график зависимости площади пика (мм²) от содержания вещества (мкг), проводя 5 параллельных определений для каждой концентрации.

Условия хроматографирования градуировочных растворов и анализируемых проб:

температура термостата колонок	200 °С;
скорость потока газа-носителя (азота)	35 мл/мин;
скорость потока водорода	35 мл/мин;
скорость потока воздуха	300 мл/мин;
скорость диаграммной ленты	600 мм/ч;
объем вводимой пробы	5 мкл;
время удерживания 2-бензилбензоксазола	2 мин 55 с.

Проведение измерения

Содержимое поглотительного прибора в количестве 5 мл переносят в бюкс, туда же помещают фильтр с отобранной пробой и оставляют на 15 мин, периодически помешивая. Степень десорбции 2-бензилбензоксазола составляет не менее 95 %. Хроматографирование экстракта проводят в тех же условиях, что и Хроматографирование градуировочных растворов. Количественное определение проводят по предварительно построенному градуировочному графику.

Расчет концентрации

Концентрацию 2-бензилбензоксазола (С) в воздухе (мг/м³) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \cdot v}{b \cdot V}, \text{ где}$$

а - количество вещества, найденное по градуировочному графику, мкг;

б - объем раствора пробы, взятой для анализа, мл;

в - общий объем анализируемого раствора, мл;

V - объем воздуха, отобранного для анализа и приведенного к стандартным условиям, л (см. приложение 1).

Приведение объема воздуха к стандартным условиям (температура 20 °С и давление 760 мм рт. ст.)

проводят по формуле

$$V_{20} = \frac{V + (273 + 20) \cdot P}{(273 + t) \cdot 101,33}, \text{ где}$$

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, °С.

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

		Давление P, кПа/мм рт. ст.								
°С	97,33/730	97,86/734	98,4/738	98,93/742	99,46/746	100/750	100,53/754	101,06/758	101,33/760	101,86/764
-30	1,1582	1,1646	1,1709	1,1772	1,1836	1,1899	1,1963	1,2026	1,2058	1,2122
-26	1,1393	1,1456	1,1519	1,1581	1,1644	1,1705	1,1768	1,1831	1,1862	1,1925
-22	1,1212	1,1274	1,1336	1,1396	1,1458	1,1519	1,1581	1,1643	1,1673	1,1735
-18	1,1036	1,1097	1,1158	1,1218	1,1278	1,1338	1,1399	1,1460	1,1490	1,1551
-14	1,0866	1,0926	1,0986	1,1045	1,1105	1,1164	1,1224	1,1284	1,1313	1,1373
-10	1,0701	1,0760	1,0819	1,0877	1,0936	1,0994	1,1053	1,1112	1,1141	1,1200
-6	1,0540	1,0599	1,0657	1,0714	1,0772	1,0829	1,0887	1,0945	1,0974	1,1032
-2	1,0385	1,0442	1,0499	1,0556	1,0613	1,0669	1,0726	1,0784	1,0812	1,0869
0	1,0309	1,0366	1,0423	1,0477	1,0535	1,0591	1,0648	1,0705	1,0733	1,0789
+2	1,0234	1,0291	1,0347	1,0402	1,0459	1,0514	1,0571	1,0627	1,0655	1,0712
+6	1,0087	1,0143	0,0198	1,0253	1,0309	1,0363	1,0419	1,0475	1,0502	1,0557
+10	0,9944	0,9999	0,0054	1,0108	1,0162	1,0216	1,0272	1,0326	1,0353	1,0407
+14	0,9806	0,9860	0,9914	0,9967	1,0027	1,0074	1,0128	1,0183	1,0209	1,0263
+18	0,9671	0,9725	0,9778	0,9830	0,9884	0,9936	1,9989	1,0043	1,0069	1,0122
+20	0,9605	0,9658	0,9711	0,9783	0,9816	0,9868	0,9921	0,9974	1,0000	1,0053
+22	0,9539	0,9592	0,9645	0,9696	0,9749	0,9800	0,9853	0,9906	0,9932	1,9985
+24	0,9475	0,9527	0,9579	0,9631	0,9683	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	1,9917
+26	0,9412	0,9464	0,9516	0,9566	0,9618	0,9669	0,9721	0,9773	0,9799	1,9851
+28	0,9349	0,9401	0,9453	0,9503	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	1,9785
+30	0,9288	0,9339	0,9391	0,9440	0,9432	0,9542	0,9594	0,9645	0,9670	0,9723
+34	0,9167	0,9218	0,9268	0,9318	0,9368	0,9418	0,9468	0,9519	0,9544	0,9595
+38	0,9049	0,9099	0,9149	0,9199	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,9421	0,9471

Рис. 1

Ловушка-концентратор.

Общий вид.

Рис. 2

Ловушка-концентратор.

Приложение 4

Вещества, определяемые по ранее утвержденным методическим указаниям

Название вещества	Методические указания
1. Аммоний винно-кислый кислый	Методические указания на фотометрическое определение аммиака: Сб. МУ в. 1 - 5. - М., 1981. - 58 с.
Аммоний винно-кислый	К = 9,82 Методические указания на фотометрическое определение аммиака: Сб. МУ в. 1 - 5. - М., 1981 - 58 с.
2. Калий винно-кислый	К = 5,41 Методические указания по измерению концентраций сульфата калия, калийной магнезии и хлорида калия в воздухе рабочей зоны: Сб. МУ, в. 22. - М., 1988 - 182 с.
Калий виннокислый кислый	
3. Калий сурьмоксид винно-кислый	К = 2,9 и 4,82 Методические указания по полярографическому измерению концентраций сурьмы в воздухе рабочей зоны: Сб. МУ, в. 8. - М., 1983. - 90 с.
4. Натрий винно-кислый кислый	К = 2,66 Методические указания по измерению концентраций натрия сульфата в воздухе рабочей зоны методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии: Сб. МУ, в. 21. - М., 1986 - 135с.
Натрий винно-кислый	К = 7,48 Методические указания по измерению концентраций натрия сульфата в воздухе рабочей зоны методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии: Сб. МУ, в. 21. - М., 1986 - 135 с.
Калий-натрий винно-кислый	К = 4,22 Методические указания по измерению концентраций натрия сульфата в воздухе рабочей зоны методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии: Сб. МУ, в. 21. - М., 1986. - 135 с.
5. Полиметилмочевина	К = 3,39 Методические указания по гравиметрическому определению пыли в воздухе рабочей зоны и в системах вентиляционных установок: Сб. МУ, в. 1 - 5. - М., 1981. - 235 с.
6. Трифторметансульфофторид (фторангидрид трифторметан сульфокислоты)	Методические указания на фотометрическое определение фторорганических соединений: Сб. МУ, в. 1 - 5. - М. 1981. - 187 с.
7. Хлоргидрат изонипекотиновой кислоты	К = 2 Методические указания на фотометрическое определение диэтиламина в воздухе: Сб. МУ, в. 1 - 5. - М., 1981. - 123 с. Отбор проб на фильтр со скоростью 2 л/мин.