

**Газохроматографическое измерение концентраций коричного альдегида ([бета]-фенилакриловый альдегид) 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 4.1.0.434-96

Дата введения: с момента утверждения

**4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ**

**Газохроматографическое измерение концентраций коричного альдегида ( *β*-фенилакриловый альдегид) в воздухе рабочей зоны**

М. м. 132,16

Коричный альдегид (*β*-фенилакриловый альдегид) - жидкость коричневого цвета со специфическим запахом. Хорошо растворим в органических растворителях, в т. ч. в спирте, эфире. Трудно растворим в воде. Тпл. - 7,5 °C. Т кип. - 250 - 252 °C (с разл.).

В воздухе находится в виде паров.

Обладает общетоксическим и раздражающим действием.

ОБУВ в воздухе - 3 мг/м<sup>3</sup>.

**Характеристика метода**

Определение основано на использовании газожидкостной хроматографии с применением пламенно-ионизационного детектора.

Отбор проб проводится с концентрированием в диоксан.

Нижний предел измерения содержания коричного альдегида в хроматографируемом объеме раствора - 0,002 мкг.

Нижний предел измерения концентрации коричного альдегида в воздухе - 1,25 мг/м<sup>3</sup> (при отборе 8 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций коричного альдегида в воздухе - от 1,25 до 12,5 мг/м<sup>3</sup>.

Измерению не мешают пары органических растворителей, в том числе гексана, четыреххлористого углерода, циклических углеводородов

Суммарная погрешность измерения не превышает ± 20 %.

Время выполнения измерения, включая отбор пробы, - около 25 мин.

**Приборы, аппаратура, посуда**

Хроматограф с пламенно-ионизационным

детектором

Хроматографическая колонка

из нержавеющей стали длиной 3 м

и диаметром 3 мм

Аспирационное устройство

Поглотительные сосуды Рихтера

Колбы мерные, вместимостью 25, 50 и 100 мл

ГОСТ 1770-74

Пипетки, вместимостью 1, 5 и 10 мл

ГОСТ 20292-74

Микрошприц МШ-10М

ГОСТ 8043-75

Линейка измерительная

ГОСТ 427-75

Секундомер

ГОСТ 5072-79

## **Реактивы, растворы, материалы**

Коричный альдегид

Инертон AW-DMCS с 5 % SE-30 (фракция

0,125 - 0,169 мкн) - насадка хроматографической

колонки

Диоксан

ГОСТ 10455-80

*Стандартный раствор № 1 коричного альдегида* готовят в ацетоне в мерной колбе, вместимостью 25 мл. Взвешивают колбу с 5 - 10 мл диоксана, добавляют 1 - 2 капли вещества и снова взвешивают. По разности весов рассчитывают концентрацию коричного альдегида.

*Стандартный раствор № 2 с концентрацией коричного альдегида 100 мкг/мл* готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № 1 диоксаном.

Газообразные (в баллонах с редуктором)

азот

ГОСТ 9293-74

водород

ГОСТ 3022-80

воздух

ГОСТ 11882-73

Фильтры обеззоленные «синяя лента»,

диаметром 5,5 см

ТУ 6-09-1678-77

### **Отбор пробы воздуха**

Воздух с объемным расходом 0,5 л/мин аспирируют через 2 последовательно соединенных поглотительных сосуда Рихтера, содержащих по 5 мл диоксана каждый. Во время отбора воздуха поглотительные сосуды охлаждают водой с температурой 12 - 15 °С.

Для измерения 1/2 ОБУВ достаточно отобрать 8 л воздуха. Пробы можно хранить в холодильнике в закрытых сосудах в течение недели.

### **Подготовка к измерению**

Приготовление хроматографической колонки.

Хроматографическую колонку заполняют под вакуумом готовой насадкой - инертон AW-DMES SE. Колонку кондиционируют в течение 12 ч, при температуре 260 °С и скорости газа-носителя 40 мл/мин.

Количественный анализ проводят методом абсолютной калибровки с использованием градуировочных растворов, которые готовят с концентрацией от 0,002 до 0,02 мкг/мл соответствующим разбавлением стандартного раствора № 2 диоксаном. Растворы устойчивы в течение суток при хранении в холодильнике в закрытых сосудах.

Градуировочные растворы в количестве 1 мкл вводят через самоуплотняющуюся мембранный испаритель хроматографа.

Условия хроматографирования градуировочных растворов и анализируемых проб:

температура терmostата колонки	115 °С;
температура испарителя	275 °С;
температура терmostата детектора	130 °С;
скорость потока газа-носителя (азота)	30 мл/мин;
скорость потока водорода	30 мл/мин;
скорость потока воздуха	250 мл/мин;
скорость движения диаграммной ленты	200 мм/ч;
объем вводимой пробы	1 мкл;
масштаб чувствительности	$10 \cdot 10^{-12}$ ;
время удерживания коричного альдегида	17 мин.

Строят градуировочный график, выражающий зависимость площади пика (мм<sup>2</sup>) от количества коричного альдегида в хроматографируемом объеме (мкг). Градуировочный график строят не менее чем по 6 точкам, проводя не менее 5 параллельных определений для каждой концентрации. Проверку градуировочного графика следует проводить при изменении условий анализа, но не реже 1 раза в месяц.

### **Проведение измерения**

Растворы из поглотительных сосудов Рихтера анализируют каждый отдельно.

1 мкл полученного раствора вводят через самоуплотняющуюся мембранный испаритель хроматографа. На полученной хроматограмме измеряют площадь пика.

Количественное определение коричного альдегида в хроматографируемом объеме проводят по предварительно построенному градуировочному графику.

### **Расчет концентрации**

Концентрацию коричного альдегида ( С ) в воздухе (мг/м<sup>3</sup>) вычисляют по формуле:

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

а - содержание коричного альдегида в хроматографируемом объеме пробы, найденное по градуировочному графику, мкг;

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

θ - общий объем анализируемого раствора, мл;

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

*Методические указания разработаны НПО «Экотокс», г. Москва.*

#### 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<sub>t</sub> - 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<sub>20</sub> следует пользоваться таблицей коэффициентов (приложение 2). Для приведения воздуха к стандартным условиям надо умножить V<sub>t</sub> на соответствующий коэффициент.

#### Приложение 2

##### Коэффициенты для приведения объема воздуха к стандартным условиям

°C	Давление P, кПа/мм рт. ст.									
	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	1,0986	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

#### Приложение 3

Рис. 1

Ловушка-концентратор.

Общий вид.

Рис. 2

Ловушка-концентратор.

#### Приложение 4

##### Вещества, определяемые по ранее утвержденным методическим указаниям

###### Название вещества

1. Аммоний винно-кислый кислый

###### Методические указания

Методические указания на фотометрическое определение аммиака: Сб. МУ в. 1 - 5. - М., 1981. - 58 с.

$K = 9,82$

Методические указания на фотометрическое определение аммиака: Сб. МУ в. 1 - 5. - М., 1981 - 58 с.

$K = 5,41$

Методические указания по измерению концентраций сульфата калия, калийной магнезии и хлорида калия в воздухе рабочей зоны: Сб. МУ, в. 22. - М., 1988 - 182 с.

$K = 2,9$  и  $4,82$

Методические указания по полярографическому измерению концентраций сурьмы в воздухе рабочей зоны: Сб. МУ, в. 8. - М., 1983. - 90 с.

$K = 2,66$

Методические указания по измерению концентраций натрия сульфата в воздухе рабочей зоны методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии: Сб. МУ, в. 21. - М., 1986 - 135с.

$K = 7,48$

Методические указания по измерению концентраций натрия сульфата в воздухе рабочей зоны методом атомно-абсорбционной

Натрий винно-кислый

спектрофотометрии: Сб. МУ, в. 21. - М., 1986 - 135 с.

Калий-натрий винно-кислый

K = 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.

K = 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.

Методические указания на фотометрическое определение фторорганических соединений: Сб. МУ, в. 1 - 5. - М. 1981. - 187 с.

5. Полиметилмочевина

6. Трифторметансульфофторид (фторангидрид трифторметан сульфокислоты)

7. Хлоргидрат изонипекотиновой кислоты

K = 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.