

Газохроматографическое измерение концентраций дициклогексилового эфира янтарной кислоты 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 4.1.0.429-96

Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Газохроматографическое измерение концентраций дициклогексилового эфира янтарной кислоты в воздухе рабочей зоны

М. м. 282,6

Дициклогексильовый эфир янтарной кислоты (ДЭЯК) - бесцветная прозрачная жидкость. $T_{\text{кип.}} - 288^{\circ}\text{C}$ при 760 мм рт. ст. Не растворим в воде, легко растворим в этаноле, диэтиловом эфире, циклогексане и других органических растворителях.

В воздухе ДЭЯК находится в виде аэрозоля.

ДЭЯК обладает общетоксическим действием

ПДК ДЭЯК в воздухе - 10 мг/м^3 .

Характеристика метода

Метод основан на использовании газожидкостной хроматографии с применением пламенно-ионизационного детектора.

Отбор проб проводится с концентрированием на фильтр.

Нижний предел измерения ДЭЯК в хроматографируемом объеме раствора - 0,005 мкг.

Нижний предел измерения ДЭЯК в воздухе (при отборе 5 л воздуха) - 5 мг/м^3 .

Диапазон измеряемых концентраций ДЭЯК в воздухе - от 5 до 50 мг/м^3 .

Измерению не мешают: янтарная кислота, дициклогексильовые эфиры адиповой и глутаровой кислоты.

Суммарная погрешность измерения не превышает $\pm 25\%$.

Время выполнения измерения, включая отбор проб, не превышает 20 мин.

Приборы, аппаратура, посуда

Хроматограф газовый

с пламенно-ионизационным детектором

Колонка стеклянная, длиной 2 м,

внутренним диаметром 3 мм

Аспирационное устройство М-822

ТУ 64-1-862-82

Фильтродержатели

Весы аналитические ВЛП-200

ТУ 2506.1131-76

Колбы мерные, вместимостью 25 и 50 мл

ГОСТ 1770-74

Пипетки, вместимостью 1, 5 и 10 мл

ГОСТ 20292-74

Градуированные пробирки со шлифом,

вместимостью 10 мл

ГОСТ 1770-74

Микрошприц «Газохром 101»

МИ 485-84

Линейка измерительная

ГОСТ 427-75

Секундомер

ГОСТ 5072-79

Реактивы, растворы, материалы

Дициклогексильный эфир янтарной

кислоты, массовая доля не менее 98 %

Этиловый спирт для хроматографии х. ч.

ТУ 6-09-1710-77

или

Этиловый спирт, 95 %-ный раствор

ГОСТ 5963-67

Фильтры АФА-ВП-10 или АФА-ВП-20

Хроматон N-AW, фракция 0,2-0,25,

пропитанный 15 % SE-30, «Хемапол» - насадка

хроматографической колонки (ЧСФР)

Газообразные (в баллонах с редукторами)

азот

ГОСТ 9293-80

водород

ГОСТ 3022-80

воздух

ГОСТ 11882-73

Стандартный раствор № 1 ДЭЯК готовят в мерной колбе, вместимостью 25 мл, взвешивают колбу с 5 - 10 мл этанола, вносят 1 - 2 капли вещества, колбу закрывают пробкой и снова взвешивают. По разности показаний двух взвешиваний определяют навеску вещества. Раствор в колбе доводят до метки этанолом, вычисляют концентрацию вещества (мг/мл) раствора.

Стандартный раствор № 2 с содержанием ДЭЯК 100 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № 1 этанолом.

Растворы устойчивы в течение 2 недель при хранении в холодильнике.

Отбор пробы воздуха

Воздух с объемным расходом 1 л/мин аспирируют через аэрозольный фильтр. Для измерения 1/2 ПДК достаточно отобрать 5 л воздуха. При хранении в холодильнике в закрытом виде пробы устойчивы в течение 2 дней.

Подготовка к измерению

Подготовка хроматографической колонки.

Хроматографическую колонку заполняют с использованием вакуумного насоса готовой насадкой - хроматоном N-AW с 15 % SE-30. Колонку кондиционируют в токе азота путем последовательного прогрева при температурах 100, 150 и 200 °С при каждой температуре в течение 2 ч и при 200 °С в течение 10 ч.

Количественный анализ вещества проводят методом абсолютной калибровки. Для этого готовят градуировочные растворы ДЭЯК с концентрацией 50, 25, 10 и 5 мкг/мл путем соответствующего разбавления стандартного раствора № 2 этиловым спиртом. Градуировочные растворы устойчивы в течение 2 недель.

Проводят анализ градуировочных растворов, для чего по 1 мкл каждого раствора вводят с помощью микрошприца через самоуплотняющуюся мембрану в хроматограф.

Условия хроматографирования градуировочных смесей и анализируемых проб:

температура термостата колонок

210 °С;

температура испарителя

290 °С;

температура детектора

290 °С;

скорость потока газа-носителя

20 мл/мин;

скорость потока водорода

20 мл/мин;

скорость потока воздуха

200 мл/мин;

скорость движения диаграммной ленты

360 см/ч;

время удерживания ДЭЯК

3 мин.

Проводят по 5 параллельных измерений для каждого градуировочного раствора, измеряют высоты пиков и определяют средние значения высот. Строят градуировочный график зависимости высоты пика (мм) от количества ДЭЯК в хроматографируемом объеме (мкг), используя результаты определений не менее чем для 5 градуировочных растворов.

Проверку градуировочного графика проводят при измерении условий анализа, но не реже 1 раза в 3 месяца.

Проведение измерения

Аэрозольный фильтр помещают в пробирку с шлифованной пробкой и приливают пипеткой 5 мл этилового спирта, выдерживают в течение 2 мин, периодически встряхивая пробирку. С помощью микрошприца отбирают 1 мкл спиртового раствора и вводят испаритель хроматографа через самоуплотняющуюся мембрану. Измеряют высоту пика на хроматограмме и по градуировочному графику находят

количество ДЭЯК в пробе.

Расчет концентрации

Концентрацию ДЭЯК (C) в воздухе (мг/м^3) вычисляют по формуле:

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

a - содержание вещества в анализируемом объеме раствора пробы, найденное по градуировочному графику, мкг;

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

b - общий объем раствора пробы, мл;

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

Методические указания разработаны РГМУ им. Н.И. Пирогова, 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_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.

Приложение 2

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	0,9989	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	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.

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.

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.

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

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.

Калий-натрий винно-кислый

5. Полиметилмочевина

6. Трифторметансульфоксид (фторангидрид трифторметан сульфокислоты)

7. Хлоргидрат изоникотиновой кислоты