

## Газохроматографическое измерение концентраций дифенилсульфида 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 4.1.0.427-96

Дата введения: с момента утверждения

#### 4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

## Газохроматографическое измерение концентраций дифенилсульфида в воздухе рабочей зоны

М. н. 186,0

Дифенилсульфид (ДФС) - бесцветная маслянистая жидкость с сильным тошнотворным запахом.  $T_{\text{кип.}} - 296^{\circ}\text{C}$  при 760 мм рт. ст. Летучесть  $C^{20} - 3,56 \text{ мг/м}^3$ . Ориентировочно давление насыщенного пара  $P^{20}$  по номограмме В.Г. Мацака - 0,35 мм рт. ст. Растворим в хлороформе, этаноле, диметилформамиде и других органических растворителях.

В воздухе находится в виде паров. При нагревании ДФС возможно образование аэрозоля конденсации.

Обладает общетоксическим действием.

ОБУВ в воздухе -  $1 \text{ мг/м}^3$ .

#### Характеристика метода

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

Отбор проб с концентрированием в диметилформамид.

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

Нижний расчетный предел измерения в воздухе (при отборе 50 л воздуха) -  $0,5 \text{ мг/м}^3$

Диапазон измеряемых концентраций в воздухе - от 0,5 до 50  $\text{мг/м}^3$ .

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

Время выполнения измерения, включая отбор проб, - около 50 мин.

#### Приборы, аппаратура, посуда

Хроматограф газовый

с пламенно-ионизационным детектором

Колонка стальная, длиной 2 м, диаметром 3 мм

Аспирационное устройство

Поглотительные сосуды с пористой

пластинкой

Секундомер

ГОСТ 5072-75

Линейка измерительная

ГОСТ 427-75

Лупа с ценой деления 0,1 мм

ГОСТ 8309-75

Колбы мерные, вместимостью 25 мл

ГОСТ 1770-74

Микрошприц МШ-10, вместимостью 1 мкл

ГОСТ 8043-74

#### Реактивы, растворы, материалы

Дифенилсульфид (ДФС), х. ч.

Диметилформамид (ДМФА), х. ч. ТУ 711-11-69  
Хлороформ, х. ч. ТУ 6-90-4263-76

Носитель - хроматон N-AW (0,16 - 0,20 мм)

Жидкая фаза - полиэтиленгликоль-адипинат

*Стандартный раствор № 1 ДФС.* Во взвешенную колбу, вместимостью 25 мл, с 10 - 15 мл ДМФА вносят 1 - 2 капли вещества, колбу взвешивают и доводят объем до метки растворителем. Вычисляют содержание дифенилсульфида в 1 мл раствора.

*Стандартный раствор № 2 с концентрацией 0,5 мг/мл* готовят соответствующим разбавлением раствора № 1 диметилформамидом.

Газообразные (в баллонах с редукторами):

азот ГОСТ 9293-74

водород ГОСТ 3022-80

воздух

#### Отбор пробы воздуха

Воздух с объемным расходом 2 л/мин аспирируют через 1 поглотительный прибор с пористой пластинкой, заполненный 5 мл диметилформамида. Для измерения 1/2 ОБУВ следует отобрать 50 л воздуха. Пробы можно хранить в течение 2 - 3 суток в холодном месте.

#### Подготовка к измерению

Хроматографическую колонку заполняют готовой насадкой хроматон N-AW с 5 % полиэтиленгликольадипината с подсоединением слабого вакуума и кондиционируют в токе азота при температуре 230 °С в токе газа-носителя в течение 8 - 10 ч.

Количественный анализ проводят методом абсолютной калибровки с использованием градуировочных растворов с концентрацией 0,005, 0,01, 0,05, 0,1, 0,3, 0,5 мкг/мл, которые готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № 2 диметилформамидом.

Для построения градуировочного графика вводят по 1 мкл каждого градуировочного раствора в хроматограф через самоуплотняющуюся мембрану. Строят градуировочную кривую, выражающую зависимость площади пика (мм<sup>2</sup>) от количества компонента (мкг). Площадь пика получают умножением высоты на его ширину, измеренную на половине высоты. Построение градуировочной кривой необходимо проводить не менее чем по 5 точкам, проводя 5 параллельных определений для каждой концентрации.

Условия хроматографирования градуировочных растворов и анализируемых проб:

температура термостата колонок	175 °С;
температура испарителя	200 °С;
скорость потока газа-носителя (азота)	40 мл/мин;
скорость потока водорода	40 мл/мин;
скорость потока воздуха	300 мл/мин;
скорость движения диаграммной ленты	200 см/ч;
время удерживания ДФС	7 мин 15 с;
шкала электрометра	$2 \cdot 10^{-10}$ ;
объем вводимой пробы	1 мкл.

#### Проведение измерения

1 мкл раствора из поглотительного сосуда вводят в хроматограф, записывают хроматограмму, вычисляют площадь пиков и по градуировочному графику находят количество анализируемого вещества.

#### Расчет концентрации

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

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

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

v - общий объем анализируемой пробы, мл;

b - объем пробы, взятой для анализа, мл;

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

*Методические указания разработаны Университетом Дружбы народов, 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

°С	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	1,0936	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

## 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.
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 изоникотиновой 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.