

УТВЕРЖДЕНО

Первым заместителем Председателя
Госкомсанэпиднадзора России — за-
местителем Главного государствен-
ного санитарного врача Российской
Федерации

31 октября 1996 г.

МУК 4.1.611—96

Дата введения — с момента утвер-
ждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Методические указания по
газохроматографическому определению
диметилфталата в атмосферном воздухе**

Настоящие методические указания устанавливают газохро-
матографическую методику количественного химического
анализа атмосферного воздуха для определения в нем содер-
жания диметилфталата в диапазоне концентраций 0,005—
0,100 мг/м³.

C₁₀H₁₀O₄

Мол. масса 194,19

Диметилфталат (диметиловый эфир 1,2-бензолдикарбоно-
вой кислоты) — бесцветная жидкость. Температура плавления
от 0 до 2 °С, температура кипения — 282 °С, давление пара
при 150 °С — 1,67 кПа. Растворяется в этаноле, бензоле,
диэтиловом эфире, ацетоне, хлороформе, в воде (0,5 % вес. при
25 °С). В воздухе находится в виде паров или тумана.

Диметилфталат обладает кумулятивными и раздражающими
свойствами, относится к 2-му классу опасности. ПДКм.р. для
атмосферного воздуха населенных мест 0,03 мг/м³, ПДКс.с. —
0,007 мг/м³.

Издание официальное

Настоящие методические указания не
могут быть полностью или частично
воспроизведены, тиражированы и рас-
пространены без разрешения Департамента
госсанэпиднадзора Минздрава России.

161

1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей $\pm 19\%$, при доверительной вероятности 0,95.

2. Метод измерений

Измерения концентрации диметилфталата выполняют методом газожидкостной хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием. Концентрирование из воздуха осуществляют на активированный уголь. Экстракцию диметилфталата с активированного угля проводят хлороформом.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы — 1 мкг.

Определению не мешают: динил, метилбензоат, метилтолуилат, диметилтерефталат, диметилизофталат, диэтилфталат, динонилфталат, алифатические спирты в количествах до 10 ПДК их содержания в воздухе.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы.

3.1. Средства измерений

Хроматограф газовый с пламенно-ионизационным детектором

Аспирационное устройство для отбора проб воздуха «Эжектор» с пределом измерения $25 \text{ дм}^3/\text{мин}$, цена деления $1 \text{ дм}^3/\text{мин}$ (либо другой, позволяющий отбирать пробу с заданной скоростью)

Барометр-анероид М-67

Весы аналитические ВЛА-200

Колбы мерные 2-50-2, 2-100-2

Линейка масштабная

Лупа измерительная

Меры массы Г-2-210, 2 кл.

Микрошприц типа МШ-10М

Пипетки вместимостью 0,1 и $1,0 \text{ см}^3$, 2 кл.

Секундомер 2-го кл. точности с погрешностью $\pm 0,1$

ТУ 2504-1797-75

ГОСТ 24104-80Е

ГОСТ 1770-74

ГОСТ 17435-72

ГОСТ 8309-75

ГОСТ 7328-82Е

ТУ 2.833-106

ГОСТ 20292-74

ГОСТ 5072-72

Термометр лабораторный шкальный

ГОСТ 215-73Е

3.2. Вспомогательные устройства

Хроматографическая колонка из нержавеющей стали или стекла длиной 2 м и внутренним диаметром 3 мм

Бюкс СВ-23/12

Вакуумный компрессор марки ВН-461М

Водяная баня

Дистиллятор

Редуктор водородный

Редуктор кислородный

Сорбционные стеклянные трубки длиной 7 см и внутренним диаметром 4 мм

Чашка фарфоровая № 3

ГОСТ 16285-80

ГОСТ 25336-82

ТУ 26-06-459-69

ТУ 6-1-28-50-76

ТУ 61-1-721-79

ТУ 26-05-463-76

ТУ 26-05-235-70

ГОСТ 9147-80

3.3. Материалы

Аргон (или другой инертный газ) сжатый

Водород сжатый

Воздух сжатый

Стекловата

Стеклянные заглушки

ГОСТ 10157-79

ГОСТ 3922-80

ГОСТ 17433-80

3.4. Реактивы

Ацетон, х. ч.

Винилметилсиликоновый эластомер СКТВ-1, ВТУ № ЛЧ 115-62 (или его аналог)

Диметилфталат, ч.

Дистиллированная вода

Дипропиладипинат, ч.

Кислота соляная, ч. д. а.

Уголь марки СКТ или БАУ фракция 0,4—1,0 мм (насадка для сорбционных трубок)

Хроматон N-AW зернением 0,125—0,160 мм (производства «Chemapol»)

Хлороформ, х. ч.

Этанол, х. ч.

ГОСТ 2603-79

ГОСТ 9657-61

ГОСТ 6709-77

МРТУ 6-09-1939-64

ГОСТ 3118-77

ТХ-6-16-1698-72

ГОСТ 20015-74

ГОСТ 18300-72

4. Требования безопасности

4.1. При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работы с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТу 12.1.005-88.

4.2. При выполнении измерений с использованием газового хроматографа соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТом 12.1.019-79 и инструкцией по эксплуатации прибора.

5. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений допускают лиц, имеющих квалификацию не ниже инженера-химика, с опытом работы на газовом хроматографе.

6. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят в нормальных условиях согласно ГОСТу 15150-69 при температуре воздуха $(20 \pm 10)^\circ\text{C}$, атмосферном давлении воздуха 630—800 мм рт. ст. и влажности воздуха не более 80 %;
- выполнение измерений на газовом хроматографе проводят в условиях, рекомендуемых технической документацией к прибору.

7. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: приготовление растворов, подготовка хроматографической колонки и сорбционной трубки, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

7.1. Приготовление растворов

Исходный раствор диметилфталата для градуировки ($c = 0,05 \text{ мг/см}^3$). 25 мг диметилфталата вносят в колбу вместимостью 500 см^3 , доводят до метки этиловым спиртом и перемешивают. Срок хранения — около года.

Стандартный раствор дипропиладипината для градуировки ($c = 0,05 \text{ мг/см}^3$). 25 мг дипропиладипината вносят в колбу вместимостью 500 см^3 , доводят до метки этиловым спиртом и перемешивают. Срок хранения — около года.

1 н раствор соляной кислоты. 20 см^3 соляной кислоты удельного веса 1,19 помещают в мерную колбу вместимостью 250 см^3 и до метки доводят дистиллированной водой.

7.2. Подготовка хроматографической колонки и сорбционной трубки

При отсутствии готовых сорбентов для хроматографической колонки и сорбционной трубки их готовят самостоятельно. В фарфоровой чашке взвешивают 1,5 г СКТВ-1 и растворяют в 50 см^3 хлороформа. В полученный раствор вносят 10,0 г хроматона N-AW. При непрерывном помешивании содержимого чашки выпаривают растворитель на водяной бане до сыпучего состояния сорбента. Сорбентом заполняют хроматографическую колонку.

Хроматографическую колонку и сорбционную трубку перед заполнением насадками промывают горячей водой, дистиллированной водой, ацетоном, этанолом и высушивают в токе инертного газа. Заполнение хроматографической колонки насадкой проводят под вакуумом. Концы колонки закрывают стекловатой и, не подключая к детектору, кондиционируют в токе газа-носителя с расходом 40 $\text{см}^3/\text{мин}$ при повышении температуры от 80 до 250 $^\circ\text{C}$ со скоростью 1 $^\circ\text{C}/\text{мин}$. При температуре 250 $^\circ\text{C}$ колонку выдерживают 4 ч. После охлаждения колонку подключают к детектору, записывают нулевую линию в рабочем режиме. При отсутствии дрейфа нулевой линии колонка готова к работе.

Сорбционную трубку заполняют активированным углем. Для этого 12,0 г угля помещают в емкость и кипятят 2 ч в 50 см^3 1 н раствора соляной кислоты, промывают уголь несколько раз дистиллированной водой и кипятят 1 ч в 250 см^3 воды. Смесь фильтруют, еще раз промывают водой и выдерживают уголь 6 ч при 250 $^\circ\text{C}$ в токе инертного газа. 0,2 г активированного угля помещают в сорбционную трубку, фиксируют концы трубки стекловатой и закрывают заглушками. Трубку хранят в закрытой емкости не более 1 месяца.

7.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают методом внутреннего стандарта с учетом градуировочного коэффициента на градуировочных растворах диметилфталата. Для этого готовят 6 серий растворов для градуировки. Каждую серию, состоящую из 5-ти градуировочных растворов, готовят в бюксах

вместимостью 5 см³. В бюксы помещают 0,2 г активированного угля, на который наносят по 0,04—0,08—0,16—0,4—0,8 см³ исходного раствора диметилфталата, что соответствует его содержанию 0,002—0,004—0,008—0,02—0,04 мг соответственно, и добавляют 1,0 см³ хлороформа, 0,5 см³ стандартного раствора дипропиладипината (внутренний стандарт). В течение 15 мин проводят экстракцию. Экстракт декантируют в чистый бюкс и выпаривают в токе воздуха в вытяжном шкафу до объема 0,2 см³. В испаритель прибора вводят по 0,5 мм³ каждого раствора и анализируют в следующих условиях:

температура термостата колонок	170 °C
температура детектора	170 °C
температура испарителя	280 °C
расход газа-носителя (аргон)	40 см ³ /мин
расход водорода	40 см ³ /мин
расход воздуха	350 см ³ /мин
скорость движения диаграммной ленты	200 мм/ч
относительное время удерживания диметилфталата	1,64

На полученной хроматограмме рассчитывают площади пиков диметилфталата и внутреннего стандарта (дипропиладипината). Вычисляют градуировочный коэффициент по формуле:

$$K = \frac{S_{ст} \cdot m}{S \cdot m_{ст}}, \text{ где}$$

$m, m_{ст}$ — массы диметилфталата и дипропиладипината, мг;
 $S, S_{ст}$ — площади пиков диметилфталата и дипропиладипината, мм².

Проверку градуировочной характеристики проводят 1 раз в квартал и при смене партии реактивов.

7.4. Отбор проб

Отбор проб производится согласно ГОСТу 17.2.3.01-86. Сорбционную трубку закрепляют в эжекторе для отбора проб и аспирируют воздух со скоростью 6 дм³/мин в течение 30 мин. После окончания отбора пробы концы трубки фиксируют стеклянными заглушками. Срок хранения пробы — не более суток.

8. Выполнение измерений

Сорбент с пробой из сорбционной трубки помещают в бюкс вместимостью 5,0 см³, приливают 1,0 см³ хлороформа и далее обрабатывают согласно п. 7.3.

На хроматограмме рассчитывают площади пиков диметилфталата и дипропиладипината.

9. Вычисление результатов измерений

Концентрацию диметилфталата в атмосферном воздухе (мг/м³) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{S \cdot m_{ст} \cdot K \cdot 1000}{S_{ст} \cdot V_0}, \text{ где}$$

V_0 — объем отобранного воздуха, приведенный к нормальным условиям, дм³;

$$V_0 = \frac{V_t \cdot 273 \cdot p}{(273 + t) \cdot 760}, \text{ где}$$

V_t — объем воздуха, отобранный для анализа, дм³;

P — атмосферное давление в месте отбора пробы, мм рт. ст.;

t — температура воздуха в месте отбора пробы, °C.

Методические указания разработаны Л. И. Гостевой, В. М. Старовой (ВНИПИ мономеров, г. Тула).