

УТВЕРЖДЕНО

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

31 октября 1996 г.

МУК 4.1.600—96

Дата введения — с момента утверж-
дения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методические указания по газохроматографическому определению ацетона, метанола и изопропанола в атмосферном воздухе

Настоящие методические указания устанавливают газохро-
матографическую методику количественного химического
анализа атмосферного воздуха для определения в нем содер-
жания определяемых веществ в диапазонах концентраций:
ацетона — 0,07—4,00 мг/м³, метанола — 0,30—10,00 мг/м³,
изопропанола — 0,30—10,00 мг/м³.

(CH₃)₂CO

ацетон

CH₃OH

метанол

(CH₃)₂CHON

изопропанол

Физико-химические свойства

Вещество	Молек. масса	Т кип. °С	Плотность г/см ³	Давление насыщ. паров, мм рт. ст.	Растворимость* в воде, в орг. р.
Ацетон	58,08	56	0,792	184,8	р-м сп., э., хл.
Метанол	32,04	64,7	0,791	95,7	р-м в различных растворителях
Изопропанол	60,09	82,2	0,786	32,4	р-м сп., э., бз.

*Примечание: р-м — растворим, сп — спирт, э — эфир, хл — хлороформ, бз — бензол

Издание официальное

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

Величины ПДК для атмосферного воздуха, (мг/м³)

Вещество	Максимально-разовая	Среднесуточная
Ацетон	0,35	0,35
Метанол	1,00	0,50
Изопропанол	0,60	0,60

В воздухе находятся в виде паров.

Ацетон – наркотик, поражающий все отделы центральной нервной системы.

Метанол – сильный нервный, сосудистый яд с резко выраженным кумулятивным эффектом.

Изопропанол – наркотик, раздражает слизистые глаз и верхних дыхательных путей.

1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей $\pm 20\%$ для ацетона и $\pm 16\%$ для метанола и изопропанола, при доверительной вероятности 0,95.

2. Метод измерений

Измерение концентрации ацетона, метанола, изопропанола выполняют методом газожидкостной хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием.

Концентрирование ацетона, метанола и изопропанола из воздуха осуществляют в поглотители с дистиллированной водой. Растворённые вещества выдувают инертным газом с одновременным улавливанием их на твердый сорбент и последующей термодесорбцией.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы ацетона – 0,5 мкг, метанола и изопропанола – 2,5 мкг.

Определению не мешают другие водорастворимые соединения.

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 серии «Цвет-100» с пламенно-ионизационным детектором	
Барометр-анероид М-67	ТУ 2504-1797-75
Весы аналитические, 2 кл., ВЛА-200	ГОСТ 24104-88
Колбы мерные вместимостью 25, 100 см ³	ГОСТ 1770-74Е
Линейка измерительная	ГОСТ 17435-72
Лупа измерительная	ГОСТ 25706-83
Меры массы, 1 кл.	ГОСТ 7328-82
Микрошприц МШ-10	ТУ 2.833.106
Пипетки вместимостью 1,5 см ³	ГОСТ 20292-74
Реометр для измерения скорости потока газов	
Секундомер 3-го кл. точности	ГОСТ 5072-79
Термометр ТМ-8	ГОСТ 212-78Е
Электроаспиратор ЭА-1, погрешность $\pm 10\%$	ТУ 25-11-1414-78

3.2. Вспомогательные устройства

Хроматографическая колонка из стали длиной 2 м и внутренним диаметром 4 мм	
Аквадистиллятор	ТУ 61-1-721-79
Вакуумный насос ВН-461	
Поглотительные приборы с пористой пластиной № 1	ТУ 25-111-1136
Редуктор водородный	ТУ 26-05-463-76
Редуктор кислородный	ТУ 26-05-235-70
Сорбционные трубки с крепежной втулкой (см. рис.)	

3.3. Материалы

Азот сжатый	ГОСТ 9293-74
Водород сжатый	ГОСТ 3022-77
Воздух сжатый	ГОСТ 17433-80
Стекловата или стекловолокно	
Резиновая трубка	

3.4. Реактивы

Ацетон, ч.	ГОСТ 2603-79
Дистиллированная вода	МРТУ 6-09688-63

Полиметилсилоксан ПМС-100

Полисорб-1

Силохром С-80, зернением 0,25—0,50 мм

Спирт изопропиловый, х. ч.

Спирт метиловый, х. ч.

ГОСТ 130032-67

ТУ 1011-392-69

ТУ 6-09-17-4874

ТУ 6-09-402-85

ГОСТ 6995-77

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 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 ацетона, метанола и изопропанола для градуировки ($c = 1,0 \text{ мг/см}^3$). 50 мг вещества вносят в колбу вместимостью 50 см^3 , доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Срок хранения раствора — 1 месяц.

Рабочий раствор ацетона для градуировки ($c = 10 \text{ мкг/см}^3$). 1 см^3 исходного раствора вносят в колбу вместимостью 100 см^3 , доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Срок хранения растворов — 1 месяц.

Рабочие растворы метанола и изопропанола для градуировки ($c = 50 \text{ мкг/см}^3$). 5 см^3 исходного раствора метанола и изопропанола вносят по отдельности в колбы вместимостью 100 см^3 , доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Срок хранения — 1 неделя.

7.2. Подготовка хроматографической колонки и сорбционной трубки

Насадкой для хроматографической колонки является полисорб-1. Перед заполнением колонки полисорб-1 выдерживают в течение 3—4 ч в ацетоне, высушивают и с помощью вакуумного насоса заполняют колонку. Концы колонки закрывают стекловатой и, не подключая к детектору, кондиционируют в токе газа-носителя с расходом 40 $\text{см}^3/\text{мин}$ при температуре 150 $^\circ\text{C}$ в течение 8 ч. После охлаждения колонку подключают к детектору и записывают нулевую линию в рабочем режиме. При отсутствии дрейфа нулевой линии колонка готова к работе.

Насадка для сорбционных трубок состоит из 5 % ПМС-100 на силохроме С-80. Трубки содержащие по 0,4 г сорбента, кондиционируют при 200 $^\circ\text{C}$ в течение 2-х часов, в испарителе хроматографа.

7.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают методом абсолютной градуировки на градуировочных растворах ацетона, метанола и изопропанола. Она выражает зависимость площади пика соответствующего вещества на хроматограмме (мм^2) от массы (мкг) и строится по 5-ти сериям растворов для градуировки. Каждую серию, состоящую из 6-ти растворов, готовят в мерных колбах вместимостью 100 см^3 . Для этого в каждую колбу вносят исходный раствор для градуировки в соответствии с табл. 1, доводят объем дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 1

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентрации ацетона, метанола и изопропанола

Номер раствора для градуировки	1	2	3	4	5	6
Объем рабочего раствора ацетона ($c = 10$ мкг/см ³), см ³	1,0	2,0	5,0	10,0	20,0	50,0
Концентрация ацетона, мкг/см ³	0,1	0,2	0,5	1,0	2,0	5,0
Масса ацетона в 5 см ³ , мкг	0,5	1,0	2,5	5,0	10,0	25,0
Объем рабочего раствора метанола ($c = 50$ мкг/см ³), см ³	1,0	2,0	5,0	10,0	20,0	30,0
Концентрация метанола, мкг/см ³	0,5	1,0	2,5	5,0	10,0	15,0
Масса метанола в 5 см ³ , мкг	2,5	5,0	12,5	25,0	50,0	75,0
Объем рабочего раствора изопропанола ($c = 50$ мкг/см ³), см ³	1,0	2,0	5,0	10,0	20,0	30,0
Концентрация изопропанола, мкг/см ³	0,5	1,0	2,5	5,0	10,0	15,0
Масса изопропанола в 5 см ³ , мкг	2,5	5,0	12,5	25,0	50,0	75,0

По 5 см³ каждого градуировочного раствора помещают в поглотитель с пористой пластиной и продувают азотом со скоростью 0,5 дм³/мин в течение 15 мин. Извлекаемые из раствора вещества улавливают в сорбционных трубках и анализируют при следующих условиях:

температура термостата колонок	100 °C
температура испарителя	200 °C
расход газа-носителя (азота)	40 см ³ /мин
расход водорода	40 см ³ /мин
расход воздуха	400 см ³ /мин
чувствительность шкалы электрометра	50 × 10 ⁻¹² А
скорость движения диаграммной ленты	240 мм/ч
время удерживания метанола	2 мин 35 сек
время удерживания ацетона	10 мин 53 сек
время удерживания изопропанола	13 мин 22 сек.

На полученной хроматограмме рассчитывают площади пиков ацетона, метанола и изопропанола и по средним значениям из 5-ти измерений строят градуировочную характеристику для каждого вещества. Проверку градуировочной характеристики проводят 1 раз в квартал и при смене партии реактивов.

7.4. Отбор проб

Отбор проб воздуха проводят согласно ГОСТу 17.2.3.01-86 в поглотитель с пористой пластинкой, заполненный 5 см³ дистиллированной воды, со скоростью 0,5 дм³/мин в течение 15 мин.

8. Выполнение измерений

Поглотитель с пробой устанавливают в штатив. К выходному концу поглотителя подсоединяют встык с помощью резинового шланга сорбционную трубку. К входному концу поглотителя подводят трубку с инертным газом, который пропускают через пробу в течение 5-ти мин со скоростью 50 см³/мин.

В испаритель хроматографа вместо газонаправляющей трубки устанавливают втулку для фиксации сорбционной трубки (см. рис.). Сорбционную трубку с адсорбированными примесями вставляют в испаритель, закрывают его и включают секундомер. Анализ проводят в условиях, указанных при построении градуировочной характеристики (п. 7.3). На хроматограмме рассчитывают площадь пика и по градуировочной характеристике определяют его массу в пробе.

9. Вычисление результатов измерений

Концентрацию ацетона, метанола, изопропанола в атмосферном воздухе (мг/м³) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{m}{V_0}, \text{ где}$$

m – масса вещества в пробе, найденная по градуировочной характеристике, мкг;

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 Е. А. Комраковой (Нижегородский НИИ гигиены и профпатологии).

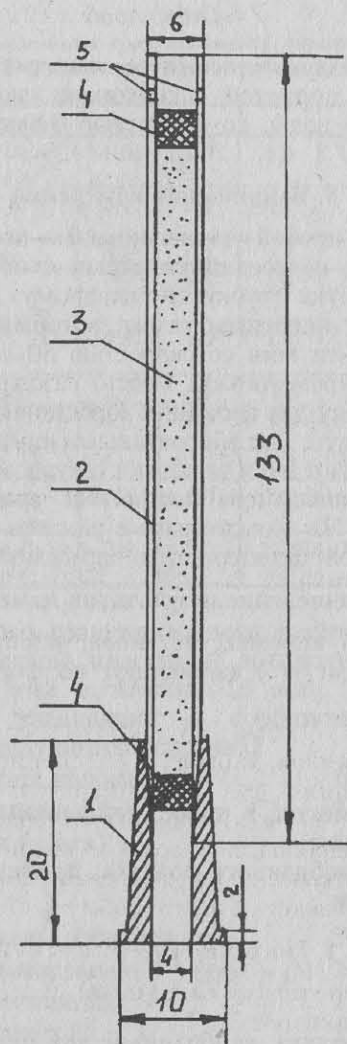


Рис. 1. Схема устройства для термодесорбции примесей в испарителе хроматографа.

1 - крепежная втулка, 2 - сорбционная трубка, 3 - сорбент, 4 - пробки из стекловолокна, 5 - отверстия для газа-носителя.