

2415-83

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

КОНТРОЛЬНЫЙ
ЭКЗЕМПЛЯР
ФГУЗ
ФЦГСЗ РОСПОТРЕБНАДЗОРА

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ
В ВОЗДУХЕ

Выпуск XVIII

Москва, 1983 г.

100

УТВЕРЖАЮ

Заместитель Главного государственного санитарного врача СССР

А. И. ЗАЙЦЕНКО

№ 17/1111111 1983 г.

№ 8415-83

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

ПО ГАЗОВОМЕТОГРАФИЧЕСКОМУ ОПРЕДЕЛЕНИЮ ЭПИХЛОРИГИДРИНА

В ВОЗДУХЕ



$M = 92,52$

Эпихлоргидрин - бесцветная жидкость, т. кип. 117°C , хорошо растворяется в этаноле, эфире.

Агрегатное состояние пары.

Общая часть

I. Определение основано на использовании газовой хроматографии на приборе с пламенно-ионизационным детектором. Отбор проб с концентрированием.

2. Предел обнаружения $1 \cdot 10^{-3}$ мкг в анализируемом объеме пробы.
3. Предел обнаружения в воздухе $0,1 \text{ мкг/м}^3$ (при вводе 10 мл воздуха).
4. Погрешность определения $\pm 4\%$.
5. Диапазон измеряемых концентраций $0,1 - 1 \text{ мкг/м}^3$.
6. Определением не мешают хлористый аммиак, этиловый спирт, формальдегид, диоксид серы, этилен хлорид, толуол.
7. Предельно допустимая концентрация эпихлоргидрина 1 мкг/м^3 .

II. Реактивы и аппаратура

8. Применение реактивы и растворы.
- Эпихлоргидрин, МРТУ 6-09-4225-67.
- Твердый носитель-хроматон М-Ам - ДМС
- Жидкая фаза-силоксановый каучук ХЕ-60.

Газообразные азот, водород, воздух в баллонах с регуляторами.

9. Применение посуды и приборы:

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором.

Колонка спиральная из нержавеющей стали длиной 4 м и внутренним диаметром 4 мм .

Микрокомпрессор, МК-2.

Аспирационное устройство.

Термостат на $80-90^\circ\text{C}$.

Шприц медицинский емкость 10 и 50 мл .

Бутылки стеклянные 20 л отводной тружкой.

Пипетки газовые, вместимостью 100 мл .

Секундомер.

Лупа измерительная.

III. Отбор проб воздуха

IV. Описание опре. елени

10. Воздух отбирают в вакуумированные газонепроницаемые пипетки, емкость 100 мл . После отбора проб пипетки закрывают стеклянными заглушками. Пробу сохраняют не более 3 ч .

11. Описание опре. елени

11. Используется головная насадка $5\% \text{ ХЕ-60}$ на хроматоне М-Ам - ДМС 5. Один конец колонки закрывают металлической сеткой, и подсоединяют к вакуум-насосу. В другой конец через воронку при непрерывном осторожном поступлении стеклянной ваточки, сформированной из ваточных шариков, засыпают подготовленную насадку. Заполненную колонку помещают в термостат хроматографа для кондиционирования при 150°C в токе азота.

Перед анализом пипетки термостабилизируют при $80-90^\circ\text{C}$.

Термостабилизированный шприцем отбирают 10 мл исследуемой газовой смеси и вводят в хроматограф.

Условия анализа:

Длина колонки	4 м
Диаметр колонки	4 мм
Твердый носитель	Хроматон М-1м - ДПС
Толщина слоя	ХЕ-60 (5% от веса носителя)
Газ-носитель	азот
Скорость газа-носителя	75 мл/мин
Скорость водорода	80 мл/мин
Скорость воздуха	300 мл/мин
Скорость диатермальной ленты	240 мм/ч
Объем вводимой пробы	10 мл
Время удерживания ЭХГ	8 мин
Продолжительность анализа	25 мин

Для построения градуировочной кривой готовят паровоздушную смесь № 1. Для этого на аналитических весах взвешивают стеклянную ампулу, вводят в нее до 10 мг ЭХГ. Ампулу запаивают, взвешивают и помещают в 20 л бутыл, разбивают ампулу и оставляют для перемешивания на 24 ч при термостабилизации 80-90°C.

Из полученной смеси готовят паровоздушную смесь № 2 с концентрацией ЭХГ 1 мг/м³. Для этого отбирают термостабилизированным шприцем 40 мл смеси № 1 и вводят в бутыл 20 л бутыл, помещенную в термостат при тех же условиях, что и первая бутыл. Спустя 2 ч после перемешивания отбирают пробы объемом 1, 2, 3, 4, 5, 7, 10 мг, доводят их чистым воздухом до 10 мл и хроматографируют.

Строят градуировочный график-зависимость площади пика (S)

от количеств вещества.

Концентрация ЭХГ в мг/м³ (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G \cdot 1000}{V}, \text{ где}$$

G - количество ЭХГ, найденное по графику, абсолютному графику, мг.
V - объем пробы, введенной в хроматограф, мл.

Приложение 1

Привести объем воздуха к стандартным условиям приведения по следующей формуле:

$$V_{20} = \frac{V_t (273 + 20) \cdot P}{(273 + t) \cdot 101,33}$$
 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: температура +20°С и атмосферное давление 101,33 кПа

°С	Давление P, кПа										
	97,33	97,86	98,4	98,93	99,46	100	100,53	101,06	101,33	101,86	102,40
-30	1,1582	1,1646	1,1709	1,1772	1,1836	1,1899	1,1963	1,2026	1,2058	1,2122	1,2185
-26	1,1393	1,1456	1,1519	1,1581	1,1644	1,1705	1,1768	1,1831	1,1862	1,1925	1,1986
-22	1,1212	1,1274	1,1336	1,1396	1,1458	1,1519	1,1581	1,1643	1,1673	1,1735	1,1795
-18	1,1036	1,1097	1,1158	1,1218	1,1278	1,1338	1,1399	1,1460	1,1490	1,1551	1,1611
-14	1,0866	1,0926	1,0986	1,1045	1,1105	1,1164	1,1224	1,1284	1,1313	1,1373	1,1432
-10	1,0701	1,0760	1,0819	1,0877	1,0936	1,0994	1,1053	1,1112	1,1141	1,1200	1,1258
-6	1,0540	1,0599	1,0657	1,0714	1,0772	1,0829	1,0887	1,0945	1,0974	1,1032	1,1039
-2	1,0385	1,0442	1,0499	1,0556	1,0613	1,0669	1,0726	1,0784	1,0812	1,0869	1,0925
0	1,0309	1,0366	1,0423	1,0477	1,0535	1,0591	1,0648	1,0705	1,0733	1,0789	1,0846
+2	1,0234	1,0291	1,0347	1,0402	1,0459	1,0514	1,0571	1,0627	1,0655	1,0712	1,0767
+6	1,0087	1,0143	1,0198	1,0253	1,0309	1,0363	1,0419	1,0475	1,0502	1,0557	1,0612
+10	0,9944	0,9999	1,0054	1,0108	1,0162	1,0216	1,0272	1,0326	1,0353	1,0407	1,0462
+14	0,9806	0,9860	0,9914	0,9967	1,0021	1,0074	1,0128	1,0183	1,0209	1,0263	1,0316
+18	0,9671	0,9725	0,9778	0,9830	0,9884	0,9936	0,9989	1,0043	1,0069	1,0122	1,0175

