

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

КОНТРОЛЬНЫЙ
ЭКЗЕМПЛЯР
ФГУЗ
Федеральный центр
гигиены и санитарии

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ ВРЕДНЫХ
ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ
XXI

КОНТРОЛЬНЫЙ
ЭКЗЕМПЛЯР
ФГУЗ
Федеральный центр
гигиены и санитарии

3999-85-1-3999-85

Москва — 1986

Федеральный центр гигиены и санитарии Роспотребнадзора

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного
государственного
санитарного врача СССР

(Signature) А. И. ЗАЛЧЕНКО

№ 3999-85
1985 г.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ

КОНЦЕНТРАЦИИ ЭТИЛЕНГЛИКОЛЯ И МЕТАНОЛА

В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ *

М.м. 62,07



Этиленгликоль - бесцветная жидкость, t кип. 197,8 °C;

t пл. 12,6 °C, давление насыщенного пара 44 мм рт.ст. при

122,5 °C. Растворим в воде, ацетоне, спиртах, глицерине, уксу-

сной кислоте, диэтилене. В воздухе находится в виде паров и

аэрозолей.

М.м. 32,04



Метанолный спирт - бесцветная жидкость, t кип. 64,5 °C;

t пл. 97,9 °C, давление насыщенного пара 88,7 мм рт.ст. при

20 °C. Растворим в воде, спиртах, бензоле и других органических

растворителях. В воздухе находится в виде паров.

* Метод апробирован при изучении загрязненности воздушной
среды при производстве полиэфирного волокна "Лавсан".

Служба Роспотребнадзора
Центральный ресурс

1. Характеристика метода

Определение основано на использовании газоэлюционной хроматографии на приборе с именно-ионизационным детектором.

Отбор проб проводится с концентрированием на фильтр и в воздух.

Предел измерения этиленгликоля - 0,01 мг, метанола - 0,004 мг в анализируемом объеме раствора.

Предел измерения в воздухе этиленгликоля - 2,5 мг/м³, метанола 1 мг/м³ (при отборе 10 л воздуха).

Диапазон измерений концентраций этиленгликоля в воздухе от 2,5 до 20 мг/м³, метанола - от 1 до 10 мг/м³.

Определение не мешает другим летучие спирты С₂-С₅, ацетальдегид, ацетон (1-100 мг/м³), ароматические углеводороды.

Траншица суммарной погрешности измерения не превышает 20%.

Пределно допустимые концентрации этиленгликоля и метанола в воздухе - 5 мг/м³.

2. Реактивы, растворы и материалы

Этиленгликоль, ГОСТ 10164-75, чда.

Метиловый спирт, ТУ 6-09-1709-77, хч, для хроматографии.

Основной стандартный раствор этиленгликоля готовят, добавляя 1-2 капли вещества во взвешенную мерную колбу вместимостью 50 мл, содержащую 10 мл дистиллированной воды. Колбу вторично взвешивают. Добавят объем до метки водой и рассчитывают содержание этиленгликоля в 1 мл полученного раствора. Основной стандартный раствор метилового спирта готовят аналогично.

Стандартные растворы этиленгликоля и метанола с концентрациями вещества 2, 5, 10, 15, 20 мкг/мл готовят соответствующим

разбавлением дистиллированной водой основных стандартных растворов эти вещества. Растворы устойчивы 1 сутки при температуре +4 °С. Фильтры беззолотые, "синяя лента", ГОСТ 12026-76.

Хроматофил, ГОСТ 215-74, хч.

Твердый носитель-хроматон М-ДМ-ДМС (фракция 0,2-25 мкм).

Кипяки фазы - полиэтиленгликоль 20 М (ПЭГ 20М).

Газообразные азот, ГОСТ 9293-74; водород, ГОСТ 3022-70; воздух, ГОСТ 11882-73, в баллонах с регуляторами.

3. Приборы и посуда

Хроматограф с именно-ионизационным детектором.

Колонка стеклянная длиной 1 м, диаметром 4 мм.

Поглотительные приборы с пористой пластинкой и 2. Фильтродеаэраем.

Микрошприцы ИШ-10, ГОСТ 8043-74.

Колба мерная, ГОСТ 1770-74, вместимость 100 мл.

Пипетки, ГОСТ 20292-74, вместимость 1-10 мл.

Пробирки с притертыми пробками, вместимость 5,0 мл.

Ваза водяная.

Роторный испаритель, ИР-1М, ТУ 25-11-917-74.

Муфельная печь.

4. Проведение измерения

Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 0,5 л/мин просятывают через последовательно соединенные патрон с беззолотым фильтром и поглотительный сосуд с 5 мл дистиллированной воды. Отбор проб проводят при охлаждении сосудов водой со льдом. Для определения 0,5 мкг этиленгликоля следует отобрать 10 л воздуха, метанола - 4 л воздуха.

Условия анализа

Приготовление насадки для хроматографической колонки. Хроматон N-AW-DMS прокаливает в муфельной печи при 800 °C в течение 4 часов и просеивает, отбирая фракцию 0,2-0,25 мм.

Полученный твердый носитель заливает в круглодонной колбе раствором ПЭГ 20 М в количестве 10% от веса твердого носителя в хлороформе. Хлороформ берется в таком количестве, чтобы раствор покрывал всю поверхность твердого носителя. Затем растворитель отгоняют под вакуумом на водяной бане с использованием ротного испарителя, колонку равномерно заполняют с помощью ватку подготовленной насадкой и кондиционируют при 200 °C в течение 6 часов в токе газа-носителя.

Содержимое поглотительного сосуда перемещают в пробырку с притертой пробкой вместимостью 5 мл, помещают туда же фильтр и встряхивают содержимое в течение 3 минут. Полученный раствор вытяжку анализируют на присутствие этиленгликоля при 160 °C в метанола при 70 °C, внося аликвотную часть (2 мкл) исследуемого раствора через самоплотняющуюся мембрану в испаритель хроматографа.

Условия хроматографирования

Температура колонки, °C	160
Температура испарителя, °C	200
Скорость потока газов, мл/мин	
азота	40
водорода	30
Скорость потока воздуха	300

Скорость диалрамной ленты, мм/час	600
Объем аликвотной пробы, мкл	2
Время удерживания	
этиленгликоля	1 мин 30 с
метанола	1 мин

Количественный анализ проводят методом абсолютной калибровки. Для построения градуировочного графика хроматографуют стандартные растворы с известной массой от 2 до 20 мкг/мл, внося их в хроматограф по 2 мкл. По средним данным строят градуировочный график зависимости площади пика от количества вещества в пробе.

Концентрация метанола или этиленгликоля в воздухе (С) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \cdot U_1}{U \cdot U_{20}} \text{ мг/л}^3$$

где а - количество вещества, найденное в анализируемом объеме раствора пробы, мкг;

U₁ - общий объем раствора пробы, мл;

U - объем пробы, взятый для анализа, мл;

U₂₀ - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к температуре 20 °C и давлению 760 мм рт.ст. по формуле (приложение 1), л.

Приложение 1

Приведение объема воздуха к температуре 20 °С и давлению 760 мм рт.ст. проводится по следующей формуле:

$$V_{20} = \frac{V(273 + 20) \cdot P}{(273 + t^{\circ}) \cdot 101,33}$$

где V - объем воздуха, отобранный для анализа, л;

P - барометрическое давление, мм (101,33 мм = 760 мм рт.ст.);

t° - температура воздуха в месте отбора пробы, °С.

Для удобства расчета V₂₀ следует пользоваться таблицей коэффициентов (приложение 2). Для приведения объема воздуха к температуре 20 °С и давлению 760 мм рт.ст. надо умножить V на соответствующий коэффициент.

ФБУЗ Роспотребнадзора
Информационный ресурс

РОСПОТРЕБНАДЗОР
 Федеральное государственное учреждение
 «Федеральный метрологический ресурс»

Приложение 2
 Коэффициент K для приведения объема воздуха к стандартным условиям

t _c	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	1,1400	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	1,0986	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	1,0198	1,0253	1,0309	1,0363	1,0419	1,0475	1,0502	1,0557
+10	0,9944	0,9999	1,0054	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	0,9880	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	0,9985
+24	0,9475	0,9527	0,9579	0,9631	0,9683	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	0,9917
+26	0,9412	0,9464	0,9516	0,9566	0,9618	0,9669	0,9721	0,9773	0,9799	0,9851
+28	0,9349	0,9401	0,9453	0,9503	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785
+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	0,9198	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,9421	0,9471