

4167-88

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

К О Н Т Р О Л Ь Н Ы Й  
Э К З Е М П Л Я Р

Ф Б У З

ФГПЗ ФЕДЕРАЛЬНОГО

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ ВРЕДНЫХ  
ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

(переработанные технические условия, выпуск № 9)

Москва — 1986 г.

К О Н Т Р О Л Ь Н Ы Й  
Э К З Е М П Л Я Р

Ф Б У З

ФГПЗ РОСГОТРЕБНАДЗОРА

"УТВЕРЖАЮ"  
 Заместитель Главного  
 государственного  
 санитарного врача СССР  
 А. И. ЗАПЧЕНКО  
 " 6 " НОЯБРЯ 1986 г.  
 № 4167-86

ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ  
 НЕПОЩИВЯЩИХ УКАЗАНИЙ

БЕНЗИНА, БЕНЗОЛА, ТОЛУОЛА, ЭТИЛБЕНЗОЛА, М-КИЛОЛА,  
 П-КИЛОЛА, О-КИЛОЛА, СТИРОЛА, ПСЕВДОКУМОЛА В  
 ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Физико-химические свойства веществ Таблица 5

1	2	3	4	5	6	7	8
---	---	---	---	---	---	---	---

Название вещества	Структурная формула	Агрегатное состояние	Молек. масса	Температура кипения, °С	Относ. плотность по воздуху	Давление паров, мм.рт.ст.	Растворимость
Бензин	<chem>C6H6</chem>	жидк.	-	70	0,720	-	-
Бензол	<chem>c1ccccc1</chem>	жидк.	78,12	80,1	0,879	74,80	сп, э, ал
Толуол	<chem>Cc1ccccc1</chem>	жидк.	92,14	110,6	0,867	22,50	сп, э, ал
Этилбензол	<chem>CCc1ccccc1</chem>	жидк.	106,17	136,2	0,867	15,3	сп, э
М-килол	<chem>CC(C)c1ccccc1</chem>	жидк.	106,17	139,7	0,8642	6,4	сп, э

1	2	3	4	5	6	7	8
П-килол	<chem>CC(C)C1=CC=CC=C1</chem>	жидк.	106,17	138,35	0,8611	16,35	сп, э
О-килол	<chem>CC(C)C1=CC=C(C=C1)O</chem>	жидк.	106,17	144,4	0,881	10,05	сп, э
Стирол	<chem>C=Cc1ccccc1</chem>	жидк.	104,15	145,2	0,906	6,45 <sup>25</sup>	сп, э, мет, ал
Псевдокумол	<chem>CC(C)C1=CC=C(C=C1)C</chem>	жидк.	120,19	169,4	0,876	1,45	сп, э

В воздухе вещества находятся в виде паров.

1. Характеристика метода

Определение основано на использовании газофлюидостной хроматографии на приборе с пламенно-ионизационным детектором.

Отбор проб проводится без концентрирования.

Предел измерения бензина, бензола - 0,002 мгт; этилбензола - 0,0025 мгт; толуола, ксилолов, стирола - 0,01 мгт в хроматографическом объеме.

Предел измерения в воздухе бензина и бензола 0,4 мг/м<sup>3</sup>; этилбензола - 0,5 мг/м<sup>3</sup>; толуола, ксилолов и стирола - 2,0 мг/м<sup>3</sup> (при анализе из 5 мл воздуха).

Диапазон измерений концентраций от 0,4 мг/м<sup>3</sup> до 40 мг/м<sup>3</sup>.  
 Определение не мешают углеводороды C<sub>1</sub>-C<sub>7</sub>.  
 Трансфера суммарной погрешности измерения не превышает 25%.

Пределы допустимые концентрации в воздухе рабочей зоны

- (мг/м<sup>3</sup>): бензина - 100 (в пересчете на С), бензола - 5, толуола - 50, этилбензола - 1, ксилола - 50, стирола - 5, псевдокумол - 10.

2. Реактивы, растворы и материалы

- Бензин, хч, ГОСТ 6667-75.
- Бензол, хч, ТУ 6-09-773-76.
- Толуол, хч, ТУ 6-09-786-76.
- Этилбензол, хч, ТУ 6-09-787-76.
- М-ксилол, хч, ТУ 6-09-4565-77.
- П-ксилол, хч, ТУ 6-09-4603-78.
- О-ксилол, хч, ТУ 6-09-915-76.
- Стирол, хч, ТУ 6-09-3999-78.
- Псевдокумол, хч, ТУ 6-09-785-76.

- Азот газообразный в баллонах с редуктором, ГОСТ 9293-74.
- Водород газообразный в баллонах с редуктором, ГОСТ 3022-80.
- Воздух ТСП в баллонах с редуктором, ГОСТ 11882-73.
- Твердый носитель-хромосорб Р (80-100 меш.) или хромосорб ЭК, модифицированный ДМПС, фракции 0,16-0,25 мм.
- Неподвижная жидкая фаза - П, П' - метоксиэтоксикарбонбензол.

3. Приборы и посуда

- Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором.
- Колонка хроматографическая длиной 3 м, внутренним диаметром 3 мм.
- Пипетка газовые, вместимостью 300 мл, ГОСТ 18954-78.
- Водяная баня.
- Вакуумный насос.

Бутылки стеклянные с сифоном, вместимостью 20 л.

Шприцы медицинские стеклянные на 1 мл, ТУ 64-1-378-78.

Микрошприцы МШ-1 и МШ-10, ГОСТ 8043-74.

Секундомер, ГОСТ 5072-79.

Линейка измерительная.

Лупа измерительная, ГОСТ 8309-75.

4. Проведение измерений

Условия отбора проб воздуха

Отбор проб воздуха проводят в газовой пипетке на 200-300 мл или мерцательные шприцы на 50-150 мл. Пипетки (шприцы) закрывают стеклянными заглушками.

Анализ рекомендуется проводить в день отбора проб.

Подготовка неасалки для хроматографической колонки

Кипящую фазу - П, П'-метоксиэтоксикарбонбензол в количестве 20% от веса носителя растворяют в хлороформе.

В полученный раствор вносят твердый носитель хромосорб Р или хромосорб ЭК, модифицированный ДМПС, осторожно перемешивают. Хлороформ испаряют сначала при комнатной температуре, затем при 60°C на водяной бане до улетучивания растворителя.

Приготовленную насалку заливают хроматографическую колонку с применением вакуума.

Заполненную колонку кондиционируют при 100°C в потоке газа-носителя, первые 2-3 часа при отключенном детекторе, затем подключают детектор и регистрируют и продолжают кондиционирование колонки до дробяга нулевой (основной) линии, не превышающего 5% от длины шкалы регистратора.

Общую подготовку прибора доводят согласно инструкции.

Пробы воздуха для анализа отбирают из газовой пипетки (шири-  
на) в мерзильные стеклянные шприцы путем прокола резины заглушки.  
Пробу вводят путем прокола самоуплотняющейся мембраны испарите-  
ля в хроматографическую колонку. Скорость ввода и шприца должны  
быть постоянными.

Температура колонки 100°C.

Температура испарителя 125°C.

Скорость потока газа-носителя 30 мл/мин.

Скорость потока водорода 30 мл/мин.

Скорость потока воздуха 300 мл/мин.

Скорость движения диаграммной ленты регистратора 240 мм/час.

Максимальный объем анализируемой пробы 5 мл.

Чувствительность измерений 20x10<sup>-12</sup>а.

Продолжительность анализа 13 мин.

Время удерживания: Бензина 0,6 мин

бензола 1,6 мин

толуола 3,2 мин

этилбензола 5,7 мин

м-ксилола 6,5 мин

п-ксилола 7,1 мин

о-ксилола 7,7 мин

стирола 10,0 мин

псевдокумала 13,0 мин

Количественное определение проводят методом абсолютной калиб-  
ровки по каждому компоненту отдельно. Для этого в бутылках, емости-  
мостью 20 л, готовят искусственные газозоодушные смеси бензина, бе-  
нзола, толуола, м-, п-, о-ксилола, этилбензола, стирила, псевдо-  
кумала с концентратом 0,05 мг/л. Смесь выдерживают 30 мин, герме-  
тизируют и хроматографируют 5 раз, с содержанием последующих ком-

понентов от 0,002 до 0,2 мкг. Затем определяют площади пиков путем  
умножения высоты пика на его ширину, измеренную на половине высоты.  
По полученным данным строят градуировочный график зависимости пло-  
щади пика от количества компонента. Условия анализа и градуировка  
должны быть идентичны.

Концентрацию вещества в мг/м<sup>3</sup> воздуха (X) вычисляют по формуле:

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

Q - количество компонента, найденное по градуировочному графику,  
мкг;

V - объем воздуха, отобранный для анализа, м<sup>3</sup>.

Приведение объема воздуха к стандартным условиям проводится 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.

КОЭФФИЦИЕНТЫ  
для приведения объема воздуха к стандартным условиям: температура +20°C  
и атмосферное давление 101,33 кПа

°С	Д а в л е н и е P, кПа											
	97,33	97,86	98,4	98,93	99,46	100	100,53	101,06	101,33	101,86	102,40	
	I	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
-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	

Продолжение приложения 2

I	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
+14	0,9806	0,9860	0,9914	0,9967	0,0027	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
+20	0,9605	0,9658	0,9711	0,9763	0,9816	0,9868	0,9921	0,9974	1,0000	1,0053	1,0105
+22	0,9539	0,9592	0,9645	0,9696	0,9749	0,9800	0,9853	0,9906	0,9932	0,9985	1,0036
+24	0,9475	0,9527	0,9579	0,9631	0,9683	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	0,9917	0,9968
+26	0,9412	0,9464	0,9516	0,9566	0,9618	0,9669	0,9721	0,9773	0,9799	0,9851	0,9902
+28	0,9349	0,9401	0,9453	0,9503	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785	0,9836
+30	0,9288	0,9339	0,9391	0,9440	0,9482	0,9542	0,9594	0,9645	0,9670	0,9723	0,9772
+34	0,9167	0,9218	0,9268	0,9318	0,9368	0,9418	0,9468	0,9519	0,9544	0,9595	0,9644
+38	0,9049	0,9099	0,9149	0,9198	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,9421	0,9471	0,9520