

4168-86

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

КОНТРОЛЬНИЙ
ЗНАЧОК
ФГУЗ
Федеральный центр гигиены и эпидемиологии

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ ВРЕДНЫХ
ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

(переработанные технические условия, выпуск № 9)

ФГУЗ Роспотребнадзор
Информационный ресурс

Заместитель Главного государственного

санитарного врача СССР

А.И. ЗАПЧЕНКО

№ 6 "НОЯБРЬ" 1986г.
№ 4138-86

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ
БЕНЗОЛА, ТОЛУОЛА, О-, М-, П-КСИЛОЛА, ЭТИЛБЕНЗОЛА,
АЦЕТОНА, ПИКЛОГЕКСАНА, ЭТИЛАЦЕТАТА И БУТИЛОВОГО
СПИРТА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Физико-химические свойства компонентов

Таблица 6

Наименование вещества	Структурная формула	Молекулярная масса	Агрегатное состояние	Температура, °С		Растворимость
				плавления	кипения	
Бензол		78,11	жидк.	8,5	80,1	спирт, эфир, ацетон и др.
Толуол		92,14	жидк.	-95	110,6	спирт, эфир, бензол, хлороформ
О-ксилол		106,17	жидк.	-25	144,4	спирт, эфир
М-ксилол		106,17	жидк.	-47,4	139	"
П-ксилол		106,17	жидк.	13,2	138	"

1	2	3	4	5	6	7
Этилбензол	C ₈ H ₈	106,17	жидк.	-94	136,2	спирт, эфир
Ацетон	CH ₃ -CO-CH ₃	58,08	жидк.	-95	56	вода, спирт, эфир, хлороформ
Пиклогексан		84,16	жидк.	6,5	80,7	спирт, эфир
Этилацетат	C ₂ H ₅ -COOCH ₃	88,11	жидк.	-84	77,15	вода и различные растворители
Бутиловый спирт	C ₄ H ₉ OH	74,12	жидк.	-89,5	117,7	вода, спирт, эфир

В воздухе вещества находятся в виде паров.

1. Характеристика метода

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

Отбор проб без концентрирования.

Предел измерения в анализируемом объеме пробы 0,05-0,5 мкг.

Предел измерения компонентов в воздухе от 5 до 50 мкг/м³ (при анализе 10 лт воздуха).

Диапазон измерения концентраций компонентов в воздухе 5-50 мкг/м³.

Определены не мешают

углеводороды C₁-C₁₀.

Граница суммарной погрешности измерения компонентов в воздухе не превышает ±25%.

Предельно допустимые концентрации в мкг/м³: бензола - 5, толуола - 50, ксилолов - 50, ацетона - 200, пиклогексана - 80, этилацетата - 200, бутилового спирта - 10.

2. Реактивы, растворы и материалы

Бензол, хч, ГОСТ 5965-75.

Толуол, хч, ТУ 6-09-186-76.

П-кислот, хч, ТУ 6-09-4609-78.

О-кислот, хч, ТУ 6-09-915-76.

М-кислот, хч, ТУ 6-09-4565-77.

Ацетон, чда, ГОСТ 2603-79.

Циклогексан, хч, ТУ 6-09-10-592-76.

Этилцетат, хч, ГОСТ 22300-76.

Бутиловый спирт, хч, ТУ 6-09-1708-77.

Умароформ, хч, ТУ 6-09-4263-76.

Можно использовать хроматографически чистые реактивы

Твердый носитель-хроматон М-АМ, фракция

0,25-0,50 мм.

Этипан фаза: полиэтиленгликоль 600.

Азот газообразный в баллонах с регулятором, ГОСТ 9293-74.

Водород газообразный в баллонах с регулятором, ГОСТ 3022-80.

Воздух ГСН в баллонах с регулятором, ГОСТ 11882-73.

3. Приборы и посуда

Хроматограф с племменно-концентрационным детектором.

Колонка хроматографическая

реинни диаметром 3 мм.

Анализационное устройство.

Пипетки газовые стеклянные, вместимостью 250, 500 и 1000 мл,

ГОСТ 18954-78.

Шприцы медицинские со стеклянным поршнем, вместимостью 100-150 мл, ТУ 64-1-1279-75.

Шприцы медицинские, вместимостью от 1 до 20 мл, ТУ 64-1-378-78.

Шкаф сушильный или термостат с нагревом до 100-110°C.

Муфель электрический, с нагревом до 1100-1200°C.

Набор сит "Фианприбор", ТУ 26-09-262-69.

Бутыли, вместимостью 20 л.

Линейка измерительная.

Лупа измерительная, ГОСТ 8308-75.

Секундомер, ГОСТ 5072-79.

Вава водяная.

4. Проведение измерений

Условия отбора проб воздуха

Пробу воздуха отбирают в газовые пипетки или стеклянные шприцы. Вместимость 100-150 мл. Пипетки и шприцы закрывают стеклянными пробками.

Анализ рекомендуется проводить в день отбора проб.

Приготовление насадки для хроматографической колонки

Ликую фазу - полиэтиленгликоль 600 - в количестве 10% от веса носителя растворяют в хлороформе. В полученный раствор вносят твердый носитель и осторожно перемешивают. Хлороформ испаряют сначала при комнатной температуре, затем при 60°C на водяной бане. Приготовленную носительную фазу добавляют к хроматографу и при определенном давлении детекторе констатируют в токе газа-носителя при 120°C в течение 5 часов.

Общую подготовку прибора проводить согласно инструкции.

Условия анализа

Ширином на 10 мл пробу вводить в колонку путем прокола резино-зой мембраны, погружая иглу до отказа и быстро вынимая. Необходимо эод серии анализов проводить с одним и тем же ширином. Предваритель-но проводить контрольный анализ такж как объемов чистого воздуха.

Температура колонки 95°C.

Температура испарителя 110°C.

Газ-носитель азот или гелий.

Скорость потока газа-носителя 40 мл/мин.

Скорость потока водорода 40 мл/мин.

Скорость потока воздуха 500 мл/мин.

Скорость диаграммной ленты 600 мм/час.

Объем вводимой пробы 10 мл.

Время удерживания компонентов: этилацетат 4 мин 55 с

этилен	5 мин 50 с
циклогексан	7 мин 25 с
бензол	9 мин 40 с
толуол	16 мин 20 с
о-ксилол	32 мин 10 с
н-ксилол	29 мин 30 с
п-ксилол	28 мин 20 с

Для количественного определения использовать метод абсолютной калибровки. Для этого готовить в бутылке, вместимостью 20-25 л сме-зи растворителей с концентрацией 5 мг/л. Все компоненты вводить ширином в вакуумированную бутылку, которую затем заполнить чистым сурым воздухом. Через 10-12 ч из исходной смеси готовится рабочая смесь с концентрацией 0,5 мг/мл путем последовательного разбавле-

ния в больших шириках, из которых через 2 ч отбирают пробы объе-мом от 0,1 до 1,0 мл. Все объемы доводят чистым воздухом до 10 мл. Хроматографируют и определяют площадь пиков путем умножения высоты пика на его ширину, измеренную на половине высоты. По полученным данным строят градуировочный график зависимости площади пика от количества вещества. Условия анализа и калибровки должны быть иденти-чными.

Концентрации бензола, толуола, о-, н-, п-ксилолов, этилбензо-ла, этилена, циклогексана, этилацетата и бутелового спирта в мг/л³ воздуха (х) вычисляю по формуле:

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

V - количество вещества в анализируемом объеме пробы, найденное по калибровочному графику, мкг;

V - объем воздуха, взятый для анализа, мл.

Приведение объема воздуха к стандартным условиям проводится по следующей формуле:

$$V_{20} = \frac{V_t (273+20) \cdot P}{(273+t) \cdot 101,33}, \text{ где}$$

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, $^{\circ}\text{C}$.

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 $+20^{\circ}\text{C}$
и атмосферное давление 101,33 кПа

$t, ^{\circ}\text{C}$	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	
	1	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	
-28	1,1353	1,1456	1,1519	1,1581	1,1644	1,1705	1,1768	1,1831	1,1862	1,1925	1,1986	
-26	1,1122	1,1274	1,1336	1,1396	1,1458	1,1519	1,1581	1,1643	1,1673	1,1735	1,1795	
-24	1,1036	1,1097	1,1158	1,1218	1,1278	1,1338	1,1399	1,1460	1,1490	1,1551	1,1611	
-22	1,0866	1,0926	1,0986	1,1045	1,1105	1,1164	1,1224	1,1284	1,1313	1,1373	1,1432	
-20	1,0701	1,0760	1,0819	1,0877	1,0936	1,0994	1,1053	1,1112	1,1141	1,1200	1,1258	
-18	1,0540	1,0599	1,0657	1,0714	1,0772	1,0829	1,0887	1,0945	1,0974	1,1032	1,1039	
-16	1,0385	1,0442	1,0499	1,0556	1,0613	1,0669	1,0726	1,0784	1,0812	1,0869	1,0925	
-14	1,0309	1,0366	1,0423	1,0477	1,0535	1,0591	1,0648	1,0705	1,0733	1,0789	1,0846	
-12	1,0234	1,0291	1,0347	1,0402	1,0459	1,0514	1,0571	1,0627	1,0655	1,0712	1,0767	
-10	1,0087	1,0143	1,0198	1,0253	1,0309	1,0363	1,0419	1,0475	1,0502	1,0557	1,0612	
-8	0,9944	0,9999	1,0054	1,0108	1,0162	1,0216	1,0272	1,0326	1,0353	1,0407	1,0462	

РОСПОТРЕБНАДЗОР
ИНТЕРНАЦИОНАЛЬНЫЙ РЕСУРС

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