

106

1 руб.

4477-87

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

КОНТРОЛЬНЫЙ
ЭКЗЕМПЛЯР
ФГУЗ
ФЦГИЭ РОСПОТРЕБНАДЗОРА

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ
В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

ХХП

Л4469-87-4536-87

МОСКВА - 1988 г.

КОНТРОЛЬНЫЙ
ЭКЗЕМПЛЯР
ФБУЗ
ФЦГИЭ РОСПОТРЕБНАДЗОРА

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного

государственного санитарного

врача

И. Заиченко

1987 г.



МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ

ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ БЕНЗОЛА, ТОЛУОЛА И
П-КСИЛОЛА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Физико-химические свойства веществ

Таблица 6

Вещество	Химическая формула	М.м.	Т.кип., °C	Плотность при 20°C, г/см ³	Давление паров, мм.рт.ст.
Бензол	C ₆ H ₆	78,12	80,10	0,879	74,8
Толуол	C ₆ H ₅ CH ₃	92,14	110,63	0,867	22,5
П-Ксиол		106,17	138,35	0,861	16,3

Бензол, толуол и п-ксиол - бесцветные жидкости, хорошо растворяются в этиловом спирте, эфире, хлороформе и других органических растворителях.

В воздухе находятся в виде паров.

Обладают наркотическим действием, оказывают влияние на нервную систему, кроветворные органы и др. Поступают в организм главным образом при вдыхании паров, могут также проникать через кожу.

тежднную кожу.

ПДК бензола 15 мг/м³, толуола и п-ксилола 50 мг/м³.

Характеристика метода

Метод основан на использовании газожидкостной хроматографии с применением пламенно-ионизационного детектора.

Отбор проб с концентрированием в поглотительный раствор.

Нижний предел содержания бензола и толуола в хроматографируемом объеме раствора 0,01 мкг, п-ксилола 0,02 мкг.

Нижний предел измерения бензола и толуола в воздухе 2,5 мг/м³, п-ксилола 5 мг/м³ (при отборе 10 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций в воздухе от 2,5 до 25 мг/м³ для бензола; от 5 до 250 для ксилола; от 2,5 до 250 мг/м³ для толуола и непределные углеводороды, хлорсодержащие соединения.

Суммарная погрешность измерений не превышает $\pm 2\%$. Время выполнения измерения 30 мин, включая отбор пробы.

Приборы, аппаратура, посуда
Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором.
Хроматографические колонки из стекла (1 м x 3 мм).
Поглотительные сосуды с пористой пластинкой Г-2.
Аспирационное устройство.
Микрошлифы МШ-10, ГОСТ 8043-75.

Шкаф сушильный с температурой нагрева до 200°C.
Кольца мерные, ГОСТ 1770-74, вместимостью 25 и 50 мл.
Литники, ГОСТ 20292-74, вместимостью 1,2,5 и 10 мл с делениями.

Пробирки, ГОСТ 10515-75, градуированные с гравелированными

пробками вместимостью 5-25 мл.

Секундомер, ГОСТ 50 72-79.

Лупа измерительная, ГОСТ К 759-75.

Баны со льдом (+4°C), ГОСТ К 74-72, -77.

Реактивы, растворы и материалы

Бензол, ТУ 6-09-779-76, х.ч.

Толуол, ТУ 6-09-786-71, х.ч.

П-Ксилол, МРГУ 6-09-4669-78, х.ч.

Соляная кислота, ГОСТ ЗИ8-77, х.ч.

Хлороформ для хроматографии, ГОСТ 6-09-4263-76, х.ч.

Н-Гептан, ТУ 6-09-4520-77, х.ч.

Твердый носитель – инертон/М/ФМС фирмы "Хематопол" ЧССР, фракция 0,15-0,20 мм.

Газообразные азот, ГОСТ 9293-79, водород ГОСТ 3032-70 и воздух, ГОСТ 11882-73, в баллонах с редукторами.

Стандартный раствор № 1: измеряемые вещества готовят растворением точных навесок веществ в Н-гептане. Для этого в мерную колбу вместимостью 25 мл заливают 7-10 мл гептана, взвешивают, вносят 1-3 капли измеряемого компонента, повторно взвешивают, доводят объем раствора до метки гептаном и рассчитывают концентрацию вещества (в мг/мл). Соответствующим разбавлением гептаном готовят стандартные растворы № 2, концентраций компонента 1 мг/мл.

Стандартные растворы устойчивы в течение месяца при хранении в холодильнике.

О т с о р п р о б м в о з д у х а

Воздух с объемным расходом 0,5 л/мин аспирируют через два последовательно соединенных поглотительных сосуда с 5 мл Н-гептана в каждом, помещенными в баню со льдом (+4°C).

Для измерения 0,5 мкг определяемых веществ достаточно отобрать 4 л воздуха.

Отобранные пробы устанавливают в холодильнике (+4°C) в течение пяти суток.

П о л г о т о в к а к и м е р е н и ю

Насадку для хроматографической колонки готовят следующим образом: 25 г инертного АИ-2МКЗ пропитывают раствором, содержащим 2,5 г ПЭГ-1000 в 50 мл хлорформа, и высушивают при комнатной температуре при постоянном перемешивании до исчезновения запаха хлорфорина. Затем насадку высушивают в шкафу в течение 6 ч при 80–100°C и заполняют ее стеклянную колонку с помощью вакуума и магнитной вибрации. Колонку устанавливают в терmostат хроматографа и кондиционируют в тече- азота (скорость 30–40 мл/мин), по- стоянно повышая температуру от 80 до 100°C со скоростью 10 град/ч. При температуре 160°C колонку выдерживают в течение 6 ч, после чего проверяют нулевую линию при рабочей температуре.

Градуировочные растворы концентрацией от 5 до 50 мкг/мл для бензола и от 50 до 500 мкг/мл для толуола и п-ксиола готовят соответствующим разбавлением стандартных растворов № 2 гептаном. Градуировочные растворы устойчивы сутки.

По 2 мл каждого градуировочного раствора вводят в хроматограф через самоуплотняющуюся мембрану.

На основании полученных хроматограмм для каждого анализа про-

мого вещества строят градуировочный график, выраждающий зависимость высот пико₃ (мм) от количества компонента (мкг).

График строят не менее, чем по шести точкам, проводя пять параллельных измерений для каждой концентрации.

Условия хроматографирования градуировочных растворов и анализируемых проб:

Температура терmostата колонок	110°C
Температура испарителя	150°C
Скорость потока газа-носителя (азота)	36 мл/мин
—“—	33 мл/мин
—“—	330 мл/мин
Воздуха	240 мм/ч.
Скорость движения диаграммной ленты	
Время удерживания: гептана I	30 с, бензола 3 мин 50 с,
толуола 7 мин 12 с, п-ксиола 10 мин 30 с.	

Пр о в е д е н и е и з м е р е н и я
Содержимое поглотительных сосудов анализируют в отдельно. Раствор из поглотительного сосуда переливают в пробирку и отбирают 2 мл (там же микрошипчиком, что и для градуировочных растворов) и вводят в хроматограф. Затем записывают хроматограмму, измеряют высоту пика, и по градуировочному графику находят количество измеряемого компонента.

Р а с ч е т к о н ц е н т р а ц и и

Концентрацию углеводородов C в воздухе (в мг/м³) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{\alpha \cdot \beta}{\delta \cdot \gamma} , \text{ где}$$

α – количество вещества, найденное по градуировочному графику,

C_1 – объем поглотительного раствора пробы, взятого для анализа, мл;
 β – общий объем поглотительного раствора, мл;

β^0 – объем воздуха (в л), отобранного для анализа и приведенный к стандартным условиям (см.приложение № 1).

За результат принимают суммарную концентрацию определяемых веществ, найденную при анализе растворов проб из обоих поглощательных сосудов.

ПРИЛОЖЕНИЕ I
Справочное

Приведение объема воздуха к условиям по ГОСТ 12.1.016-79 (температура 20°С, давление 760 мм рт.ст.) проводят по следующему формуле:

$$V = \frac{V_t (273 + 20) \cdot P}{(273 + t^o) \cdot 101,33} \text{, мм}$$

V_t - объем воздуха, отобранный для анализа, л;

P - барометрическое давление, мм

(101,33 мм = 760 мм рт.ст.);

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

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

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

Справочное

Коэффициент α для приведения объема воздуха к условиям по ГОСТ И2.1.016-79

$^{\circ}\text{C}$	Давление Р, 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
-25	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	1,1159	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	1,0936	1,0994	1,1053	1,1112	1,1141	1,1200
-6	1,0640	1,0699	1,0657	1,0714	1,0772	1,0829	1,0887	1,0945	1,0974	1,1032
+0	1,0385	1,0442	1,0499	1,0556	1,0613	1,0669	1,0726	1,0784	1,0812	1,0869
+4	1,0309	1,0366	1,0423	1,0477	1,0535	1,0591	1,0648	1,0705	1,0733	1,0789
+8	1,0234	1,0291	1,0347	1,0402	1,0459	1,0514	1,0571	1,0627	1,0655	1,0712
+10	1,0087	1,0143	1,0198	1,0253	1,0309	1,0363	1,0419	1,0475	1,0502	1,0557
+14	0,9944	0,999	1,0054	1,0108	1,0162	1,0216	1,0272	1,0326	1,0353	1,0407
+18	0,9806	0,9860	0,9914	0,9967	1,0027	1,0074	1,0128	1,0183	1,0209	1,0263
+20	0,9671	0,9725	0,9778	0,9830	0,9884	0,9936	0,9989	1,0043	1,0069	1,0122
+22	0,9605	0,9658	0,9711	0,9763	0,9816	0,9868	0,9921	0,9974	0,0000	0,0053
+24	0,9539	0,9592	0,9645	0,9696	0,9749	0,9800	0,9853	0,9906	0,9932	0,9985
+26	0,9475	0,9527	0,9579	0,9631	0,9683	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	0,9917
+28	0,9412	0,9464	0,9516	0,9566	0,9618	0,9669	0,9721	0,9773	0,9799	0,9851
+30	0,9349	0,9401	0,9453	0,9503	0,9655	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785
+32	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
+36	0,9049	0,9099	0,9149	0,9198	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,9421	0,9471