

2902-83

С.И.И.

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

А. О Н Т Р О Л Ь Н Ы Й
Э К З Е М П Л Я Р
Ф Г У З

Ф Г У З Роспотребнадзора

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ
В ВОЗДУХЕ X/X

К О Н Т Р О Л Ь Н Ы Й
Э К З Е М П Л Я Р
Ф Г У З
Ф Г У З Роспотребнадзора

Москва, 1984 г.

010

35

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного
государственного
санитарного врача СССР
В.И. Зайченко А. И. ЗАЙЧЕНКО
№ 11882-73 1983 г.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ МЕТИЛОВОГО,
ЭТИЛОВОГО, ИЗОПРОПИЛОВОГО, Н-ПРОПИЛОВОГО, Н-БУТИЛОВОГО, ВТОР-
БУТИЛОВОГО И ИЗО-БУТИЛОВОГО СПИРТОВ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Физические свойства компонентов

Спирт	Формула	М	уд. вес	Т кип.	С	Раствори-
			г/см ³			мость
Метиловый	CH ₃ OH	32,04	0,792	64,7		хорошо раст- ворим в воде
Этиловый	C ₂ H ₅ OH	46,07	0,789	78,3		и орг. раство- рителях
Изо-Пропиловый	(CH ₃) ₂ CHOH	60,09	0,789	82,2		
Н-Пропиловый	CH ₃ CH ₂ CH ₂ OH	60,09	0,804	97,2		
Втор-Бутиловый	CH ₃ CH(OH)CH ₂ CH ₃	74,12	0,808	100,0		
Изо-Бутиловый	(CH ₃) ₂ CHCH ₂ OH	74,12	0,803	108,0		
Н-Бутиловый	CH ₃ CH ₂ CH ₂ CH ₂ OH	74,12	0,810	117,7		

I. Характеристика метода

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

Отбор проб проводится с концентративаньем в ваку.

Предел измерения спиртов в анализируемом объеме пробы:
метилового, этилового, н-пропилового и изо-пропилового -
0,01 мкг, н-бутилового - 0,02 мкг.

Предел измерения в воздухе (при отборе 10 л. воздуха):

метилового, этилового, н-пропилового и изо-втор-бутилового -
2,5 мкг/м³, н-бутилового - 5 мкг/м³

Диапазон измеремых концентраций: 2,5 - 25,0 мкг/м³.
Граница суммарной погрешности измерения не превышает ± 25%.
Предельно допустимые концентрации: метилового спирта - 5 мкг/м³
н-пропилового, изо-пропилового, н-бутилового и изо-бутилового -
10 мкг/м³, этилового - 1000 мкг/м³, втор-бутилового - не установ-
лена.

2. Реактивы, растворы и материалы

Метиловый спирт, ГОСТ 6965-77, хч.

Этиловый спирт, ГОСТ 5962-67, ректификат.

н-Пропиловый спирт, ТУ 6-09-1999-77, хч.

Изо-Пропиловый спирт, ГОСТ 9805-76, хч.

н-Бутиловый спирт, ГОСТ 5208-81, хч.

Изо-Бутиловый спирт, ГОСТ 6016-77, хч.

Втор-Бутиловый спирт, ТУ 6-09-1999-77, хч.

Основные растворы спиртов. В мерную колбу емкостью 25 мл
вносят 10-15 мл воды и взвешивают. Добавляют 1-2 капли спирта и
 вновь взвешивают. По разности в весе вычисляют навеску и расче-
тывают содержание спирта в 1 мл.

Стандартные растворы спиртов с концентративными: метилового
спирта - от 5 до 20 мкг/мл, других спиртов - от 10 до 50 мкг/мл,
готовят соответствующим разбавлением основных растворов водой.

Толуол, ГОСТ 5789-78, чда.

Полисорб-1 (фракция 0,25-0,50 мм).

Газообразные гелий, осу; водород, ГОСТ 3022-70, и воздух,
ГОСТ 11882-73, в баллонах с редукторами.

3. Приборы и посуда

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором.

Колонка из стекла длиной 1 м и диаметром 3 мм.

Аспирационное устройство.

Поглотительные приборы с пористой пластинкой №1.

Никрошприц МШ-10.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, емкость 25 и 100 мл.

Пипетки, ГОСТ 20292-74, емкость 1, 2 и 5 мл.

4. Проведение измерений

Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 0,5 л/мин аспирирует через поглотительный прибор с 5 мл воды, помещенный в баню со льдом (+4°C).

Объем воздуха, необходимый для определения 1/2 ПДК составляет:

Для метилового спирта - 10 л, для этилового спирта - 0,05 л, н-пропилового спирта - 5 л, изопропилового спирта - 5 л, н-бутилового спирта - 10 л, изо-бутилового спирта - 5 л.

Отобранные пробы можно хранить в течение 3-х суток.

Условия анализа

Приготовление хроматографической колонки

Полисорб-1 очищают путем просушивания на воздухе при температуре 140-160°C, либо кипячением в течение 2-х дней в колбе с толуолом, с последующей сушкой в шкафу при 120°C в течение 5 часов. Приготовленным носителем наполняют колонку с помощью вакуума и механической вибрации. Кондиционирование колонки проводят в токе газа-носителя (азота) - 35 мл/мин при постепенном повышении температуры от 120 до 160°C со скоростью 10 град/час и выдерживают при конечной температуре в течение 2-х часов. После этого колонку подсоединяют к детектору и снижают температуру до рабочей.

2 мл из поглотительного прибора вводят в хроматограф через самоудлиняющуюся мембрану в испарителе. Для количественного определения используют метод абсолютной калибровки. Для этого в хроматограф вводят по 2 мл стандартных растворов каждого из спиртов. На основании полученных данных строят градуировочный график зависимости площади пиков от концентрации веществ из пяти параллельных определений. Условия калибровки и анализа должны быть одинаковыми.

Длина колонки	1 м
Диаметр колонки	3 мм
Сорбент	полисорб-1
Температура колонки	100°C
Температура испарителя	180°C
Скорость потока газа-носителя-азота	36 мл/мин
Скорость потока водорода	33 мл/мин
Скорость потока воздуха	330 мл/мин
Скорость диаграммной ленты	600 мм/час
Объем вводимой пробы	2 мл
Время анализа	20 мин
Время удерживания спиртов, мин:	
метилового	1,1
этилового	2,4
изо-пропилового	4,3
н-пропилового	6,5
втор-бутилового	12,1
изо-бутилового	14,4
н-бутилового	18,7

Концентрация каждого компонента в мг/м³ воздуха (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G \cdot U_1}{U \cdot U_{20}}$$

где: G - количество вещества, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;

U₁ - общий объем пробы, мл;

U - объем пробы, взятый для анализа, мл;

U₂₀ - объем воздуха, л, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям по формуле (см. приложение 1)

Приведение объема воздуха к стандартным условиям проводят по следующей формуле:

$$V_{20} = \frac{V \cdot (273 + t_1) \cdot P}{(273 + t_2) \cdot P_0}$$

где:

V - объем воздуха, отобранный для анализа, л.
 P - барометрическое давление, кПа (101,33 кПа-760 мм рт.ст)

t_1 - температура воздуха в месте отбора пробы, °С
 Для удобства расчета V_{20} следует пользоваться таблицей коэффициентов (приложение 2). Для приведения объема воздуха к стандартным условиям надо умножить V 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	98,40	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	1.1089
-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	1.0027	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	0.9492	0.9542	0.9594	0.9645	0.9670	0.9723	0.9772
+34	0.9167	0.9216	0.9268	0.9318	0.9368	0.9416	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	0.9521