Министерство здравоохранения Республики Беларусь

УТВЕРЖДАЮ
Главный Государственный
санитарный врач Республики
Беларусь
_____ В.П.Филонов
29 мая 1993 г.

Регистрационный номер 76

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ МЕТАНОЛА И ЭТАНОЛА В АТМОСФЕРНОМ ВОЗДУХЕ

Учреждение разработчик: Белорусский научно-исследовательский санитарно-гигиенический институт
Авторы: ст.н.сотр. БелНИСГИ Перцовский А.Л., н.сотр. Салей Г.В.

CH_3OH М.м. 32,04

Метанол (метиловый спирт) - бесцветная жидкость, Т кип. 64,5°С, Т пл. -97,9 °С. Растворим в воде, спиртах, бензоле и других органических растворителях.

В воздухе находится в виде паров.

Сильный нервный и сосудистый яд с резко выраженным кумулятивным эффектом. Вызывает нарушение зрения.

ПДК в атмосферном воздухе - 1 мг/м^3 (м.р.), 0,5 мг/м^3 (с.с.).

$CH_3 - CH_2 - OH$ М.м. 46,07

Этанол (этиловый спирт) - бесцветная жидкость с характерным запахом, Т кип. 78,4 °С. Растворим в воде, спиртах и других органических растворителях.

В воздухе находится в виде паров.

Обладает наркотическим действием. Вызывает сначала возбуждение, а затем паралич центральной нервной системы.

ПДК в атмосферном воздухе - 5 мг/м^3.

Принцип и характеристика метода

Метод основан на концентрировании проб воздуха в воду и газохроматографическом анализе на приборе с пламенно-ионизационным детектором.

gost.e-ecolog.ru

Нижний предел измерения составляет 2,5 нг в анализируемом объеме пробы (5 мкл).

Диапазон измеряемых концентраций составляет 0,25-5 мг/м^3 при отборе 10 л воздуха.

Измерению не мешают легкие углеводороды, ароматические, терпеновые углеводороды, уксусная кислота, формальдегид, фурфурол. Суммарная погрешность измерения метанола и этанола в воздухе не превышает ± 20%.

Время выполнения одного измерения, включая отбор пробы воздуха, не превышает 30 минут.

Аппаратура и посуда

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором
Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-72
Колонка хроматографическая длиной 3 м и внутренним диаметром 3 мм
Микрошприц МШ-10М, ГОСТ 8043-75
Секундомер, ГОСТ 5073-72
Поглотительные приборы с пористой пластинкой
Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, вместимостью 25, 50 мл
Пипетки мерные, ГОСТ 20292-74, вместимостью 1-5 мл
Ротационный испаритель ИР-1М, ТУ 255-11-917-74
Печь муфельная

Реактивы и растворы

Метиловый спирт, хч, ГОСТ 6995-77
Этиловый спирт, ГОСТ 5963-67, ректификат
Хлороформ, хч, ГОСТ 215-74
Хроматон N-AW , фракция 0,16-0,20 (ЧСФР)
Полиэтиленгликоль 20000 (ПЭГ 20М)
Азот, осч, ГОСТ 9293-74
Водород, ГОСТ 3022-70, технический
Воздух, ГОСТ 17433-72, технический, в баллонах с редуктором

Основной стандартный раствор метанола и этанола с концентрацией по 1 мг/мл каждого вещества готовят взвешиванием в мерной колбе на 50 мл (в присутствии небольшого количества воды) по 50 мг каждого вещества и доводят раствор до метки дистиллированной водой. Стандартный раствор устойчив при хранении в холодильнике в течение 7 дней.

Градуировочные растворы с концентрацией 0,5, I,0, 3,0, 6,0 и I0, 0 мкг/мл каждого вещества готовят соответствующим разбавлением дистиллированной водой основного стандартного раствора. Растворы устойчивы при хранении в холодильнике в течение суток.

Отбор проб

Воздух с объемным расходом 0,5 л/мин аспирируют в течение 20 минут через поглотительный прибор с пористой пластинкой, заполненный 5 мл дистиллированной воды при охлаждении (вода со льдом). Отобранные пробы сохраняются в течение суток в холодильнике.

Подготовка к измерению

20 г хроматона прокаливают в фарфоровой чашке в муфельной печи при 800 °С в течение 4-х часов. 2 г ПЭГ 20М растворяют в хлороформе и раствор добавляют к твердому носителю, помещенному в круглодонную колбу на I00 мл. Через 0,5 часа колбу присоединяют к ротационному испарителю и под вакуумом удаляют растворитель при перемешивании сорбента. Сухим сорбентом под вакуумом при постукивании заполняют хроматографическую колонку, присоединяют к хроматографу и без подключения к детектору продувают в течение I2 часов при I80 °С.

После кондиционирования колонку присоединяют к детектору хроматографа, готовят прибор к работе согласно инструкции и выводят на следующий режим:

температура колонки	70 °С
температура испарителя и детектора	200 °С
скорость газа-носителя азота	30 мл/мин
скорость водорода	30 мл/мин
скорость воздуха	300 мл/мин
скорость движения диаграммной ленты	600 мм/час
объем вводимой пробы	5 мкл
время удерживания метанола	6 мин 48 с
время удерживания этанола	7 мин 48 с

Проведение измерения

Поглотительный раствор с отобранной пробой воздуха помещают в пробирку и 5 мкл вводят микрошприцом в испаритель хроматографа.

Количественное определение проводят путем сравнения высот пиков при анализе стандартных растворов и проб и их концентраций. В каждом случае вычисляют среднее значение из 5 измерений.

Расчет концентрации

Концентрацию метанола или этанола в воздухе (С) в мг/м^3 вычисляют по формуле:

$$C = \frac{A \cdot h_2 \cdot V_2}{h_1 \cdot V_1 \cdot V_{20}}$$, где

А - количество спирта в стандартном растворе, введенном в хроматограф, мкг;

h_1 - высота пика спирта, полученного при хроматографировании стандартного раствора, мм;

h_2 - высота пика спирта, полученного при хроматографировании пробы, мм;

V_1 - объем пробы, вводимой в хроматограф, мл;

V_2 - общий объем поглотительного раствора, мл;

V_{20} - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям; л.

gost.e-ecolog.ru