Министерство здравоохранения Республики Беларусь

УТВЕРЖДАЮ

Главный Государственный
санитарный врач
Республики Беларусь



В.П.Филонов

"29" 03 1993 г.

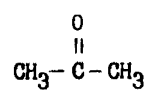
Регистрационный номер 71

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ АЦЕТОНА В ВОЗДУХЕ

Учреждение разработчик: Белорусский научно-исследовательский санитарно-гигиенический институт

Авторы: Перцовский А.Л., Капуцкая В.К., Калинина Т.Ю.



М.м. 58,08

Ацетон прецставляет собой бесцветную жицкость с характерным запахом. Т кип 56,2°С, Т пл -95,4°С. Плотность при 20°С - - 0, 7908 г/мл. Хорошо растворим в воде, этаноле, эфире, бензоле, хлороформе.

Облацает наркотическими свойствами. На кожу заметно не действует.

ПДК в воздухе рабочей зоны 200 мг/м^3, атмосферном 0,35 мг/м^3.

Характеристика метода

Метод основан на поглощении ацетона водным раствором метабисульфита натрия и газохроматографическом анализе поглотительного раствора на приборе с пламенно-ионизационным детектором.

Нижний прецел измерения в воздухе 0,I7 мг/м^3 (при отборе I0 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций 0,I7-2000 мг/м^3.

Определению не мешают спирты, фенолы, летучие кислоты.

Нижний прецел измерения в хроматографируемом объеме 2,5 нг.

Погрешность определения не превышает ± I5%.

gost.e-ecolog.ru

Время выполнения измерения, включая отбор проб, не превышает 20 минут.

Приборы, аппаратура, посуда

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором
Колонка стеклянная или из нержавеющей стали длиной 3 м, диаметром 0,3 см
Аспирационное устройство
Поглотительные приборы с пористой стеклянной пластинкой
Микрошприц МШ-10, ГОСТ 8043-75
Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, вместимостью 25 и 50 мл
Колба круглодонная, ГОСТ 1770-74Е, вместимостью 100 мл
Пипетки, ГОСТ 20292-74, вместимостью 1-10 мл
Пробирки, ГОСТ 19515-75, вместимостью 5 мл
Ротационный испаритель ИР-1М, ТУ 25-11-917-76
Печь муфельная, ГОСТ 13474-79
Набор сит "Физприбор", ТУ 26-09-262-69

Реактивы и растворы

Ацетон, хч, ТУ 6-09-1707-77
Натрий сернистокислый пиро (натрий "бисульфит мета"),чда, ГОСТ 10575
Полиэтиленгликоль 20000 (20М), жидкая фаза
Хроматон N-AW(фракция 0,16-0,20 мм)(ЧСФР)
Водород технический, ГОСТ 3022-80
Азот газообразный, осч, ГОСТ 9293-74, в баллонах с редуктором
Воздух, ГОСТ 11882-73
Стандартный раствор ацетона № 1 готовят следующим образом:
Во взвешенную мерную колбу вместимостью 25 мл, содержащую 10-12 мл дистиллированной воды, вносят 1-2 капли ацетона. Колбу повторно взвешивают, доводят объем до метки дистиллированной водой и рассчитывают содержание ацетона в 1 мл полученного раствора. Стандартный раствор устойчив при хранении в холодильнике в течение недели.
Стандартный раствор № 2 с содержанием ацетона 10 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № 1 дистиллированной водой. Стандартный раствор устойчив при хранении в холодильнике в течение 3-х дней.

Отбор проб воздуха

Воздух с объемным расходом 2л/мин аспирируют через поглотительный прибор с пористой пластинкой, заполненный 2 мл 5%-ного водного раствора метабисульфита натрия. Для определения 0,5 ПДК в атмосферном воздухе достаточно отобрать 10 л воздуха. Пробы можно хранить в холодильнике в течение 3-х дней.

Подготовка к измерению

Твердый носитель хроматон прокаливают в течение 5 часов при 800 °С в муфельной печи. Охлаждают до комнатной температуры и отсеивают на ситах фракцию 0,16-0,20 мм. 10 г полученного сорбента помещают в круглодонную колбу и туда же заливают раствор ПЭГ 20М (10% от массы твердого носителя) в хлороформе. Хлороформ отгоняют под вакуумом на ротационном испарителе. Сухой готовой насадкой под вакуумом при постукивании заполняют хроматографическую колонку и кондиционируют в термостате хроматографа при 160 °С в течение 12 часов. Затем колонку подсоединяют к детектору и выводят хроматограф на рабочий режим.

Градуировочные растворы ацетона в дистиллированной воде от 1 до 10 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № 2. 3 мкл каждого градуировочного раствора вводят в испаритель хроматографа. Замеряют высоту пика, соответствующего ацетону, и строят градуировочный график, выражающий зависимость высоты пика (мм) от концентрации ацетона (мкг/мл).

Построение градуировочного графика необходимо проводить не менее, чем по 6 точкам, проводя по 5 параллельных измерений для каждой концентрации.

Условия хроматографирования градуировочных смесей и анализируемых проб:

температура термостата колонки	70 °С
температура испарителя	200 °С
температура детектора	200 °С
скорость потока газа-носителя азота	30 мл/мин
скорость потока водорода	30 мл/мин
скорость потока воздуха	300 мл/мин
скорость движения диаграммной ленты	360 мм/час
время удерживания ацетона	2 мин 12 с

Проведение измерения

Поглотительный раствор после отбора пробы сливают в пробирку и 3 мкл жидкости вводят в испаритель хроматографа при условиях, приведенных выше.

Записывают хроматограмму и измеряют высоту пика соответствующего ацетону. По градуировочному графику определяют концентрацию компонента.

Расчет концентрации

Концентрацию ацетона ввоздухе в мг/м^3 (С) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \cdot в}{V}$$, где

а - концентрация ацетона, найденная по градуировочному графику, мкг/мл;

в - общий объем поглотительного раствора, мл;

V - объем воздуха, отобранный для анализа, приведенный к стандартным условиям, л.

gost.e-ecolog.ru