МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ.

XXII

МОСКВА - 1988 г.

gost.e-ecolog.ru

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного

государственного санитарного

врача СССР

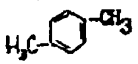


_____ И.Заиченко

"___" _____ 1987г.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ БЕНЗОЛА, ТОЛУОЛА И П-КСИЛОЛА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Физико-химические свойства веществ Таблица 6

Вещество	Химическая формула	М.м.	Т.кип., °С	Плотность при 20°С, г/см³	Давление паров, мм.рт.ст.
Бензол	C_6H_6	78,12	80,10	0,879	74,8
Толуол	$C_6H_5CH_3$	92,14	110,63	0,867	22,5
п-Ксилол		106,17	138,35	0,861	16,3

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

В воздухе находятся в виде паров.

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

реженную кожу.

ПДК бензола15 мг/м^3, толуола и п-ксилола 50 мг/м^3.

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/м^3, п-ксилола 5 мг/м^3 (при отборе 10 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций в воздухе от 2,5 до 25 мг/м^3 для бензола; от5 до 250 для ксилола; от 2,5 до 250 мг/м^3 для толуола

Измерению не мешают алифатические спирты C_1-C_4,предельные и непредельные углеводороды, хлорсодержащие соединения.

Суммарная погрешность измерения не превышает ±25%.

Время выполнения измерения 30 мин,включая отбор пробы.

Приборы, аппаратура, посуда

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором.

Хроматографические колонки из стекла (1 м х 3 мм).

Поглотительные сосуды с пористой пластинкой № 2.

Аспирационное устройство.

Микрошприцы МШ-10, ГОСТ 8043-75.

Шкаф сушильный с температурой нагрева до 200°С.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, вместимостью 25 и 50 мл.

Пипетки, ГОСТ 20292-74, вместимостью 1,2,5 и 10 мл с делениями.

Пробирки, ГОСТ 10515-75, градуированные с притертыми

пробками вместимостью 5-25 мл.

Секундомер, ГОСТ 50 72-79.

Лупа измерительная, ГОСТ 8309-75.

Баня со льдом (+4°С), ТУ 64-423-72.

Реактивы, растворы и материалы

Бензол, ТУ 6-09-779-76, х.ч.

Толуол, ТУ-6-09-786-71, х.ч.

п-Ксилол, МРТУ 6-09-4609-78, х.ч.

Соляная кислота, ГОСТ 3118-77, х.ч.

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

н-Гептан, ТУ 6-09-4520-77, х.ч.

Твердый носитель - инертон *AW-DMCS* фирмы "Хемапол" ЧССР, фракция 0,15-0,20 мм.

Неподвижная жидкая фаза -полиэтиленгликоль 1000 (ПЭГ-1000) фирмы "Лоба Химия" Австрия.

Газообразные азот, ГОСТ 9293-79 , водород ГОСТ 3022-70 и воздух, ГОСТ 11882-73, в баллонах с редукторами.

Стандартный раствор № 1 измеряемых веществ 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 с концентрацией компонента 1 мг/мл.

Стандартные растворы устойчивы в течение месяца при хранении в холодильнике.

Отбор пробы воздуха

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°С).

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

Отобранные пробы устойчивы в холодильнике (+4°С) в течение пяти суток.

Подготовка к измерению

Насадку для хроматографической колонки готовят следующим образом: 25 г инертона *AW-DMCS* пропитывают раствором, содержащим 2,5 г ПЭГ-1000в 50 мл хлороформа, и высушивают при комнатной температуре при постоянном перемешивании до исчезновения запаха хлороформа. Затем насадку высушивают в шкафу в течение 6 ч при 80-100°С и заполняют ею стеклянную колонку с помощью вакуума и механической вибрации. Колонку устанавливают в термостат хроматографа и кондиционируют в токе азота (скорость 30-40 мл/мин), постоянно повышая температуру от 80 до 100°С со скоростью 10 град/ч. При температуре 160°С колонку выдерживают в течение 6 ч, после чего проверяют нулевую линию при рабочей температуре.

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

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

На основании полученных хроматограмм для каждого анализируе-

мого вещества строят градуировочный график, выражающий зависимость высот пиков (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 термостата колонок	110°С
Температура испарителя	150°С
Скорость потока газа-носителя (азота)	36 мл/мин
-"- водорода	33 мл/мин
-"- воздуха	330 мл/мин
Скорость движения диаграммной ленты	240 мм/ч.

Время удерживания: гептана 1 мин 30 с, бензола 3 мин 50 с, толуола 7 мин 12 с, п-ксилола 10 мин 30 с.

Проведение измерения

Содержимое поглотительных сосудов анализируют раздельно. Раствор из поглотительного сосуда переливают в пробирку и отбирают 2 мкл (тем же микрошприцем, что и для градуировочных растворов) и вводят в хроматограф. Затем записывают хроматограмму, замеряют высоту пика, и по градуировочному графику находят количество измеряемого компонента.

Расчет концентрации

Концентрацию углеводородов C в воздухе (в мг/м^3) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \cdot b}{c \cdot v}$$, где

a - количество вещества, найденное по градуировочному графику, мкг;

δ – объем поглотительного раствора пробы, взятого для анализа, мл;

V_1 – общий объем поглотительного раствора, мл;

V' – объем воздуха (в л), отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям (см. приложение № I).

За результат принимают суммарную концентрацию определяемых веществ, найденную при анализе растворов проб из обоих поглотительных 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 следующей формуле:

$$V = \frac{V_t (273 + 20) \cdot P}{(273 + t^\circ) \cdot 101{,}33}$$, 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, °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 соответствующий коэффициент.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

Справочное

Коэффициент α для приведения объема воздуха к условиям по ГОСТ 12.1.016-79

°С	Давление Р, кПа (мм рт.ст.)									
	97,33 (730)	97,86 (734)	98,4 (738)	99,93 (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
-28	1,1393	1,1456	1,1519	1,1581	1,1644	1,1705	1,1768	1,1831	1,1862	1,1925
-26	1,1212	1,1274	1,1336	1,1396	1,1458	1,1519	1,1581	1,1643	1,1673	1,1735
-24	1,1036	1,1097	1,1159	1,1218	1,1278	1,1338	1,1399	1,1400	1,1490	1,1551
-22	1,0866	1,0926	1,0986	1,1045	1,1105	1,1164	1,1224	1,1284	1,1313	1,1373
-20	1,0701	1,0760	1,0819	1,0877	1,0936	1,0994	1,1053	1,1112	1,1141	1,1200
-18	1,0540	1,0599	1,0657	1,0714	1,0772	1,0829	1,0887	1,0945	1,0974	1,1032
-16	1,0385	1,0442	1,0499	1,0556	1,0613	1,0669	1,0726	1,0784	1,0812	1,0869
-14	1,0309	1,0366	1,0423	1,0477	1,0535	1,0591	1,0648	1,0706	1,0733	1,0789
-12	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
-8	0,9944	0,999	1,0054	1,0108	1,0162	1,0216	1,0272	1,0326	1,0353	1,0407
-6	0,9806	0,9860	0,9914	0,9967	1,0027	1,0074	1,0128	1,0183	1,0209	1,0263
-4	0,9671	0,9725	0,9778	0,9880	0,9884	0,9936	0,9989	1,0043	1,0069	1,0122
-2	0,9605	0,9658	0,9711	0,9783	0,9816	0,9868	0,9921	0,9974	1,0000	1,0053
0	0,9539	0,9592	0,9645	0,9696	0,9749	0,9800	0,9853	0,9906	0,9932	0,9985
+2	0,9475	0,9527	0,9579	0,9631	0,9683	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	0,9917
+4	0,9412	0,9464	0,9516	0,9566	0,9618	0,9669	0,9721	0,9773	0,9799	0,9851
+6	0,9349	0,9401	0,9453	0,9503	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785
+8	0,9288	0,9339	0,9891	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
	149	0,9099	0,9149	0,9198	0,248	0,9297	0,9347	0,9397	0,9421	0,9471

gost.e-ecolog.ru