МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

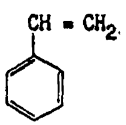
Выпуск 23

Москва 1988

gost.e-ecolog.ru

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Главного
государственного
санитарного врача СССР
_____ А.И.Заиченко
"12" ____12____ 1988г.
№ 4759-88

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ СТИРОЛА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



М.м. 104,14

Стирол (фенилэтилен, винилбензол) - бесцветная жидкость, с резким неприятным запахом, плотность 0,9063 г/см^3, Ткип. 145,2 °С, чрезвычайно легко полимеризуется, особенно на свету и при нагревании. Растворим в спиртах, кетонах, сложных и простых эфирах, сероуглероде, алифатических, алициклических, ароматических и хлорированных углеводородах. Растворимость в воде 0,026 г в 100 г воды.

В воздухе находится в виде паров.

Стирол относится к веществам 3 класса опасности. Характеризуется наркотическим и политропным токсическим действием.

ПДК стирола в воздухе 30 мг/м^3.

Характеристика метода

Метод основан на превращении стирола в 1,2-дибромстирол с последующим использованием газожидкостной хроматографии с приме-

нением электронно-захватного детектора.

Отбор проб с концентрированием на этиловый спирт.

Нижний предел измерения в хроматографируемом объеме 1,2 нг.

Нижний предел измерения в воздухе 15 мг/м^3 (при отборе 0,2 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций стирола в воздухе от 15 до 300 мг/м^3.

Измерению не мешают другие ароматические углеводороды.

Суммарная погрешность измерения не превышает ± 15%.

Время выполнения измерения,включая отбор проб,около 60 мин.

Приборы, аппаратура, посуда

Хроматограф с электронно-захватным детектором.

Колонка хроматографическая стеклянная, длиной 1,5 м и внутренним диаметром 3 мм.

Шприц цельностеклянный, ТУ 61-1-378-78,вместимостью 200 мл.

Микрошприц МШ-10, ГОСТ 8043-75, вместимостью 10 мкл.

Поглотительные приборы с пористой пластинкой № 2.

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

Пипетки, ГОСТ 20292-74,вместимостью 10 мл с делением 0,1 мл.

Пробирки стеклянные градуированные на 10 мл со шлифом 14,5 мм и высотой 150 мм со стандартными полиэтиленовыми пробками.

Линейка измерительная, ГОСТ 427-75.

Баня водяная, ГОСТ 64-1-2850-80.

Реактивы, растворы и материалы

Стирол,ТУ 6-09-3399-78,свежеперегнанный(Ткип. 145-146 °С).

Этиловый спирт, ГОСТ 5963-67, 95 %-ный.

Бром, ГОСТ 4109-79, чда, 10%-ный раствор в этиловом спирте.

Натрий хлористый, ГОСТ 4233-77, чда.

Стандартный раствор № 1 с концентрацией 10 мкг/мл готовят растворением 250 мг стирола в этиловом спирте в мерной колбе на 25 мл. Раствор устойчив в течение месяца при хранении в холодильнике при -5 -10 °С.

Хроматон N -супер с 5% ov-17 (фракция 0,125-0,16 мм)(ЧССР).

Газообразный азот, ГОСТ 9293-74, осч, в баллоне с редуктором.

Отбор пробы воздуха

Воздух с объемным расходом 0,2 л/мин аспирируют с помощью шприца на 200 мл через поглотительный прибор с пористой пластинкой № 2, содержащей 5 мл этилового спирта, при охлаждении смесью льда, хлористого натрия и воды, взятых в соотношении 3:2:1. Для измерения 1/2 ПДК следует отобрать 200 мл воздуха.

Отобранные пробы можно хранить при 0 °С в течение недели.

Подготовка к измерению

Хроматографическую колонку заполняют готовой насадкой хроматоном N -супер с 5% ov-17 под вакуумом, устанавливают в термостат хроматографа и кондиционируют 10 часов при отключенном детекторе, постепенно повышая температуру с 50 до 200 °С. После этого колонку присоединяют к детектору, снижают температуру до рабочей и продолжают кондиционировать до тех пор, пока дрейф нулевой линии не будет превышать 5% от всей длины шкалы.

Градуировочные растворы с содержанием стирола от 0,6 до 10 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № 1 этиловым спиртом. Градуировочные растворы устойчивы в течение месяца при хранении в морозильной камере при -5 -10°С.

В градуированную пробирку со шлифом помещают 2 мл каждого градуировочного раствора и для превращения стирола в 1,2-дибромстирол сюда же добавляют 0,05 мл 10%-ного раствора брома в этиловом спирте. Пробирку тщательно закрывают стандартной полиэтиленовой пробкой (14,5 мм), поверхность которой смочена дистиллятом, до появления на её шлифе зеркальной поверхности, а затем встряхивают при нагревании на водяной бане при 50 ± 2 °С в течение 5 минут.

После обесцвечивания реакционной смеси при комнатной температуре пробирку открывают и 2 мкл её содержимого с помощью микрошприца вводят в испаритель хроматографа через самоуплотняющуюся мембрану. Строят градуировочный график, выражающий зависимость высоты пика от концентрации компонента (мкг/мл). Построение градуировочного графика необходимо проводить не менее, чем по 6 точкам, проводя 5 параллельных измерений для каждой концентрации.

Условия хроматографирования градуировочных смесей и анализируемых проб:

Температура термостата колонки	160 °С
Температура испарителя	250 °С
Температура термостата детектора	230 °С
Скорость потока газа-носителя	130 мл/мин
Скорость потока азота для продувки детектора	70 мл/мин
Скорость движения диаграммной ленты	600 мм/час
Время удерживания 1,2-дибромстирола	1 мин 35 с

Проведение измерения

Содержимое поглотительного прибора количественно переносят в градуированную пробирку и для превращения стирола в 1,2-дибром-

стирол добавляют 0,1 мл 10 %-ного раствора брома в этаноле, а затем обрабатывают при 50 °С на водяной бане и хроматографируют аналогично градуировочным растворам.

Записывают хроматограмму, измеряют высоту пика и по градуировочному графику находят концентрацию определяемого компонента.

Расчет концентрации

Концентрацию вещества в воздухе в мг/м^3 (С) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \cdot в}{V}, \text{ где}$$

а - концентрация вещества в анализируемом объеме поглотительного раствора, найденная по градуировочному графику, мкг/мл;

в - общий объем поглотительного раствора, мл;

V - объем воздуха, отобранный для анализа, приведенный к стандартным условиям, л (см. приложение 1).

Приложение I

Приведение объема воздуха к температуре 20°С и давлению 760 мм рт.ст. проводят по следующей формуле:

$$20 = \frac{V_t \cdot (273 + 20) \cdot P}{(273 + t^0) \cdot 101{,}33}, \text{ где}$$

V_t - объем воздуха, отобранный для анализа, л;

P - барометрическое давление, кПа (101,33 кПа = = 760 мм рт.ст.);

t^0 - температура воздуха в месте отбора пробы, °С.

Для удобства расчета $_{20}$ следует пользоваться таблицей коэффициентов (приложение 2). Для приведения объема воздуха к температуре 20°С и давлению 760 мм рт.ст. надо умножить на соответствующий коэффициент.

Коэффициент К для приведения объема воздуха к стандартным условиям

°С	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
-26	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	1,1158	1,1218	1,1278	1,1336	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	1,0986	1,0994	1,1053	1,1112	1,1141	1,1200
- 6	1,0540	1,0599	1,0657	1,0714	1,0772	1,0829	1,0887	1,0945	1,0974	1,1032
- 2	1,0385	1,0442	1,0499	1,0556	1,0613	1,0669	1,0726	1,0784	1,0812	1,0869
0	1,0309	1,0366	1,0423	1,0477	1,0535	1,0591	1,0648	1,0705	1,0733	1,0789
+ 2	1,0234	1,0291	1,0347	1,0402	1,0459	1,0514	1,0571	1,0627	1,0655	1,0712
+ 6	1,0087	1,0143	1,0198	1,0253	1,0309	1,0363	1,0419	1,0475	1,0502	1,0557
+10	0,9944	0,9999	1,0054	1,0108	1,0162	1,0216	1,0272	1,0326	1,0353	1,0407
+14	0,9806	0,9860	0,9914	0,9967	1,0027	1,0074	1,0128	1,0183	1,0209	1,0263
+18	0,9671	0,9725	0,9778	0,9880	0,9884	0,9936	0,9989	1,0043	1,0069	1,0122
+20	0,9605	0,9658	0,9711	0,9783	0,9816	0,9868	0,9921	0,9974	1,0000	1,0053
+22	0,9539	0,9592	0,9645	0,9696	0,9749	0,9800	0,9853	0,9906	0,9932	0,9985
+24	0,9475	0,9527	0,9579	0,9631	0,9683	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	0,9917
+26	0,9412	0,9464	0,9516	0,9566	0,9618	0,9669	0,9721	0,9773	0,9799	0,9851
+28	0,9349	0,9401	0,9453	0,9503	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785
+34	0,9167	0,9218	0,9268	0,9318	0,9368	0,9418	0,9468	0,9519	0,9544	0,9595
+38	0,9049	0,9099	0,9149	0,9198	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,9421	0,9471

gost.e-ecolog.ru