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.Заименко
"12" 12 1988 г.
№ 4781-88

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГАЗОХРОМАТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ БЕНЗИЛОВОГО СПИРТА, БЕНЗИЛАЦЕТАТА И БЕНЗАЛЬДЕГИДА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Физико-химические свойства веществ приведены в таблице.

Бензиловый спирт, бензилацетат и бензальдегид обладают общетоксическим и раздражающим действием, относятся к 3 классу опасности.

ПДК бензилового спирта, бензилацетата и бензальдегида 5 мг/м^3

Характеристика метода

Метод основан на использовании газожидкостной хроматографии с применением пламенно-ионизационного детектора.

Отбор проб проводится с концентрированием на сорбционные трубки с Рисорбом БЦК.

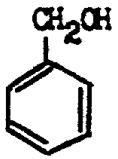
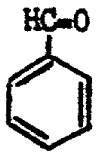
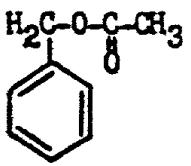
Нижний предел измерения веществ в хроматографируемом объеме 0,02 мкг.

Нижний предел измерения веществ в воздухе 2,5 мг/м^3 (при отборе 4 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций веществ в воздухе от 2,5 до 50 мг/м^3.

Таблица

Физико-химические свойства определяемых веществ

Название вещества	Структурная формула	М.м.	Плотность ($20^{o}C$)	Ткип., ^{o}C	Тпл., ^{o}C	Растворимость в органических растворителях	Растворимость в воде, г/л	Агрегатное состояние в воздухе
Бензиловый спирт		I08,I3	I,045	205,2	-I5,3	Хорошо растворим в эфире, этиловом спирте, хлороформе, бензоле, ацетоне	40	пары
Бензальдегид		I06,I2	I,05	I79		- " -		- " -
Бензилацетат		I50,I8	I,055	2I3,5	-5I,5	- " -	0,25	- " -

Измерению бензилового спирта и бензилацетата не мешают бензойная кислота, бензол, толуол, фенол, ксилол, бутиловый спирт, анилин.

Измерению бензальдегида не мешают бензиловый спирт, бензилацетат, бензойная кислота, бензол, толуол, ксилол, бутиловый спирт, анилин.

Суммарная погрешность измерения веществ не превышает ±25%.

Время выполнения измерения, включая отбор проб, около 50 минут.

Приборы, аппаратура, посуда

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором.

Колонка стеклянная длиной 2 м и диаметром 4 мм.

Аспирационное устройство.

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

Пробирки с пришлифованной пробкой, ГОСТ 1770-74, вместимостью 10 мл.

Чашка фарфоровая выпарительная, ГОСТ 9747-80.

Баня водяная, ТУ 64-1-2850-80.

Шкаф сушильный.

Трубки стеклянные сорбционные длиной 10 см и диаметром 0,7-0,8 см.

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

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, вместимостью 25, 50 и 100 мл.

Реактивы, растворы и материалы

Бензиловый спирт, ГОСТ 5751-72, чда.

Бензальдегид, чда.

Бензилацетат, чда.

Толуол, ИРЕА 23-66, хч.

Хлороформ, ГОСТ 5962-67, хч.

Хроматон N-AW DMCS (фракция 0,3-0,4 мм) с 5% силикона XE-60 и 5% апиезона L.

Твердый диатомитовый сорбент Рисорб БЛК (фракция 0,3-0,2 мм).

Газообразные водород, ГОСТ 3022-80, азот, ГОСТ 9293-74, воздух, ГОСТ II882-73, в баллонах с редукторами.

Стандартные растворы № I с концентрацией бензилового спирта, бензилацетата и бензальдегида I0 мг/мл готовят растворением 250 мг веществ в мерной колбе вместимостью 25 мл хлороформом. Срок хранения растворов в холодильнике I месяц.

Стандартные растворы № 2 с концентрацией веществ I00 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением стандартных растворов № I хлороформом. Срок хранения растворов в холодильнике 7 дней.

Стекловата или хирургическая вата, промытые хлороформом.

Отбор пробы воздуха.

Воздух с объемным расходом I,5 л/мин аспирируют через сорбционные трубки. Для измерения I/2 ПДК следует отобрать 4 л воздуха. По окончании отбора концы трубок закрывают заглушками. Пробы могут храниться в течение 2 суток.

Подготовка к измерению

Навеску апиезона L 2,5 г растворяют в 50 мл толуола. Заливают этим раствором в фарфоровой чашке 50 г.готового сорбента - хроматона N-AW DMCS с 5% силикона XE-60. Чашку с наполнителем

помещают на водяную баню и удаляют растворитель при постоянном перемешивании, затем помещают в сушильный шкаф и выдерживают при 110°С до исчезновения запаха толуола.

Готовой насадкой под вакуумом заполняют хроматографическую колонку и проводят кондиционирование в токе газа-носителя при 190°С в течение 12 часов.

Приготовление сорбционных трубок.

В стеклянную сорбционную трубку помещают предварительно промытый хлороформом и просушенный сорбент Рисорб БЛК. Длина слоя сорбента 8 см, масса - 0,7-0,8 г. С обоих концов трубки для фиксации сорбента помещают кусочки ваты толщиной по 0,5 см.

Градуировочные растворы бензилового спирта, бензальдегида и бензилацетата с концентрацией 2, 5, 10, 20, 50, 100 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением стандартных растворов № 2 хлороформом. Градуировочные растворы устойчивы в течение 1 дня. Вводят по 10 мкл каждого раствора в хроматограф через самоуплотняющуюся мембрану. Строят градуировочные графики, выражающие зависимость площади ($мм^2$) пика от количества соответствующего компонента (мкг). Построение градуировочного графика проводят по 6 точкам, проводя 5 параллельных измерений для каждой концентрации.

Условия хроматографирования градуировочных смесей и анализируемых проб:

Температура термостата колонок	170°С
Температура испарителя	225°С
Температура термостата детектора	200°С
Скорость потока газа-носителя	40 мл/мин
Скорость потока водорода	40 мл/мин
Скорость потока воздуха	360 мл/мин

Скорость движения диаграммной ленты	600 мм/час
Время удерживания: бензальдегида	4 мин 45 с
бензилового спирта	6 мин I5 с
бензилацетата	9 мин I0 с

Проведение измерения

Сорбент вместе с кусочками ваты высыпают из сорбционной трубки в пробирку с пришлифованной пробкой, добавляют 4 мл хлороформа и тщательно экстрагируют в течение 3 минут. После отстаивания по I0 мкл жидкой пробы вводят в хроматограф через самоуплотняющуюся мембрану. Записывают хроматограмму, вычисляют площадь соответствующего пика и по градуировочным графикам находят количество каждого компонента.

Расчет концентрации

Концентрацию бензилового спирта, бензилацетата и бензальдегида в воздухе в мг/м^3 (С) вычисляют по формуле:

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

а - количество вещества, найденное в анализируемом объеме раствора по градуировочному графику, мкг;

в - общий объем раствора пробы, мл;

б - объем раствора пробы, взятый для анализа, мл;

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

Приложение I

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

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

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 V_{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	1,1338	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
			0,9453	0,9503	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785
+30	0,9288	0,9339	0,9391	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
+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