Всесоюзный центральный научно-исследовательский
институт охраны труда ВЦСПС

Главное санитарно-эпидемиологическое управление
Министерства здравоохранения СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

ДЛЯ РАЗДЕЛЬНОГО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЦЕТОНА, ТОЛУОЛА ЭПИХЛОРГИДРИНА И ФЕНОЛА ПРИ ИХ СОВМЕСТНОМ ПРИСУТСТВИИ В ВОЗДУХЕ НАСЕЛЁННЫХ ПУНКТОВ, РАБОЧЕЙ ЗОНЫ И В ВЕНТИЛЯЦИОННЫХ ВЫБРОСАХ

МОСКВА – 1978

gost.e-ecolog.ru

УДК 628 512:543 272.7

Методические указания предназначены для лабораторий санитарно-гигиенических отделов санэпидстанций и санитарных лабораторий промышленных предприятий.

Указания разработаны во Всесоюзном центральном научно-исследовательском институте охраны труда ВЦСПС (канд хим.наук Г.Г.Лукьянова, инженеры Т.А.Кружкова, О.П.Бабурова, Е.Ф Майборода, Т.И.Ситникова).

© ВЦНИИОТ ВЦСПС, 1978

"УТВЕРЖДАЮ"

Начальник Главного санитарно-
эпидемиологического управления
Министерства здравоохранения
СССР

В.Е.КОВШИЛО

18 августа 1977 г.
№ 1745-77

I. Общая часть

1. Метод основан на использовании газожидкостной хроматографии на приборе с пламенно-ионизационным детектором.

2. Минимально определяемое количество 10^{-2} – 10^{-3} мкг в пробе. Ошибка метода ±5%.

3. Определению не мешает формальдегид, этиловый спирт, четыреххлористый углерод.

4. Предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны: ацетона – 200 мг/м^3, эпихлоргидрина – 1 мг/м^3, толуола – 50 мг/м^3, фенола – 0,3 мг/м^3. Предельно допустимая концентрация в воздухе населенных пунктов: ацетона – 0,35 мг/м^3, эпихлоргидрина – 0,2 мг/м^3, толуола – 0,6 мг/м^3, фенола – 0,01 мг/м^3.

II. Реактивы и аппаратура

1. Применяемые реактивы и растворы.

Газообразный водород и азот (или гелий) в баллонах с редуктором, воздух.

Твердый носитель – Хроматон- N .

Жидкая фаза – полифенилметилсилоксан (ПФМС-4).

Ацетон.

2. Применяемая посуда и приборы.

Хроматограф ЛХМ-8МД с пламенно-ионизационным детектором, колонкой из нержавеющей стали и металлической форколонкой.

Шприцы медицинские емкостью от 1 до 10 мл.

Микрошприц металлический с ниусом.

Стеклянная бутыль с отводными трубками емкостью 20 л.

Аспиратор или воздуходувка с реометром.
Секундомер.
Компрессор медицинский.
Пипетки газовые, ГОСТ 1770-59, емкостью 0,5-1 л.
Линейка и лупа измерительная.

III. Отбор проб воздуха

1. Для рабочих помещений.

Через газовые пипетки протягивают с объемным расходом 2-3 л/мин десятикратный объем воздуха.

2. Для населенных пунктов.

Через металлическую форколонку (с той же насадкой, что и в колонке), помещенную в сосуд Дьюара с жидким азотом, протягивают 5 л воздуха. Объемный расход воздуха 0,5 л/мин. После извлечения форколонки из сосуда Дьюара дают возможность выйти сконденсировавшемуся кислороду из насадки и затем закрывают выходы форколонки заглушками.

IY. Описание определения

1. Приготовление хроматографической колонки.

Полифенилметилсилоксан в количестве 15% от массы носителя растворяют в ацетоне, взятом в двукратном объеме по отношению к объему носителя. Носитель выдерживают в этом растворе при комнатной температуре, непрерывно перемешивая, до полного испарения растворителя. Перемешивание продолжают до полного исчезновения запаха растворителя. Приготовленную насадку хранят в герметически закрытой склянке. Колонку тщательно высушивают в потоке воздуха. Заполняют колонку и форколонку, осторожно постукивая по всей их длине. Заполненную колонку помещают в термостат, продувают азотом в течение 24 ч при 190°С, а затем "тренируют" периодическим вводом проб фенола.

2. Проведение анализа воздуха рабочей зоны и вентиляционных выбросов.

Перед взятием проб из пипеток их помещают в термостат с температурой 50°С во избежание адсорбций ацетона, эпихлоргидрина, толуола и фенола стеклом. Затем отбирают 2 мл исследуемого воздуха шприцем и вводят через испаритель в хроматографическую колонку. Прибор предварительно выводят на режим.

3. Проведение анализа воздуха населенных пунктов. форколонку с отобранной пробой присоединяют к крану-дозатору хроматографа, надвигают на нее нагретую электрическую печь и прогревают в течение 3 мин. После этого переводят кран-дозатор в рабочее положение и выдувают газом-носителем десорбированные компоненты пробы в хроматографическую колонку.

Условия анализа

Длина:	
колонки	– 8 м
форколонки	– 0,4 м
Диаметр:	
колонки	– 3 мм
форколонки	– 3 мм
Температура:	
термостата	– 180°С
электропечи	– 220°С
испарителя	– 200°С
Газ-носитель	– азот
Давление:	
водорода	– 19,6 Па
воздуха	– 19,6 Па
Объемный расход:	
потока газа-носителя	– 40 мл/мин
" водорода	– 40 мл/мин
" воздуха	– 400 мл/мин
Скорость бумажной ленты	– 20 см/ч
Объем анализируемой пробы	– 1-10 мл
Продолжительность анализа	– 15 мин
Время удерживания:	
ацетона	– 2'50"
эпихлоргидрина	– 5'25"
толуола	– 5'50"
фенола	– 14'10"

С целью калибровки прибора готовят стандартные смеси каждого вещества с воздухом. Для этого приготовляют расчетные концентрации исследуемых веществ в бутылях емкостью 20 л с отводными трубками. Количество вещества, рассчитанное, исходя из емкости бутыли, чувствительности прибора и плотности вещества, вносят микрошприцем в сосуд через отводные трубки (в случае фенола берется точная навеска) и оставляют для перемешивания на 24 ч.

При калибровке прибора для анализа воздуха рабочей зоны и вен-

тиляционных выбросов из бутыли отбирают шприцем пробы объемом от 0,1 до 2,0 мл и хроматографируют. Все объемы доводят чистым воздухом до 2 мл.

При калибровке прибора для анализа воздуха населенных пунктов из бутыли отбирают шприцем 1 мл воздуха и вводят его в эвакуированную газовую пипетку емкостью 500 мл. Через 2 ч из пипетки отбирают шприцем пробы объемом от 0,1 до 2,0 мл и хроматографируют. Все объемы доводят чистым воздухом до 2 мл. Калибровку прибора в этом случае необходимо проводить посредством ввода пробы в форколонку и затем краном-дозатором в хроматограф.

По площадям пиков, которые получают умножением высоты пика на его ширину, измеренную на половине высоты, строят две калибровочные кривые - одну для определения концентраций веществ в воздухе рабочей зоны и в вентиляционных выбросах, другую для анализа воздуха населенных пунктов.

Концентрацию ацетона, эпихлоргидрина, толуола и фенола в мг/м^3 воздуха вычисляют по формуле

$$c = \frac{a \cdot 10^6}{V_o},$$

где a - найденное количество вещества, мг;

10^6 - коэффициент пересчета;

V_o - объем воздуха, взятый для анализа и приведенный к нормальным условиям согласно газовым законам Бойля-Мариотта и Гей-Люссака по формуле

$$V_o = \frac{V_t \cdot 273 \cdot p}{(273 + t) \cdot 101325} \text{ мл},$$

где V_t - объем воздуха, отобранный для анализа, мл;

p - барометрическое давление, Па;

t - температура воздуха в месте отбора пробы, $^\circ$С.

Настоящие методические указания основаны на современном и перспективном хроматографическом методе определения, позволяющем количественно с высокой точностью определять ацетон, толуол, эпихлоргидрин и фенол при их совместном присутствии. Этот метод характеризуется малой трудоемкостью и быстротой проведения анализа (3-14 мин) в отличие от старых фотометрических методов.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ДЛЯ РАЗДЕЛЬНОГО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЦЕТОНА, ТОЛУОЛА, ЭПИХЛОРГИДРИНА И ФЕНОЛА ПРИ ИХ СОВМЕСТНОМ ПРИСУТСТВИИ В ВОЗДУХЕ НАСЕЛЕННЫХ ПУНКТОВ, РАБОЧЕЙ ЗОНЫ И В ВЕНТИЛЯЦИОННЫХ ВЫБРОСАХ

Редактор Л.Л.Ляпцкевич Технический редактор А.В.Ушкова

Подп. в печать 6.06.1978 Л 102338 Формат 60x84/16
П.л. 0,25 Уч.-изд.л. 0,23
Тираж 2500 экз. Цена 5 коп.

Ротапринт ВЦНИИОТ ВЦСПС. Москва, Оболенский пер., 10. Заказ №

gost.e-ecolog.ru