МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Выпуск N 27
(в двух частях)

часть 2

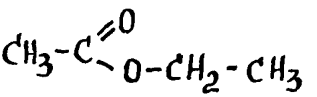
"Рарог" МП
Москва, 1992 г.

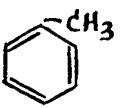
gost.e-ecolog.ru

"УТВЕРЖДАЮ"
Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР
_____В.И.Чибураев
28 декабря 1990 г.
N 5284-90

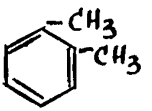
МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
по газохроматографическому измерению концентраций уайт-спирита, этилацетата, толуола, м- и о-ксилола в воздухе рабочей зоны

М.м. 88,10

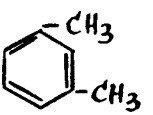
этилацетат 

толуол 

М.м. 92,14

о-ксилол 

М.м. 106,17

м-ксилол 

М.м. 106,17

Уайт-спирит - бензин с Т кип. 140-200°С. Оказывает наркотическое действие на организм.

Этилацетат - бесцветная жидкость с характерным запахом, Т кип. 77,15°С, плотность 0,900 при 20°С. Оказывает наркотическое действие на организм.

Толуол - бесцветная жидкость с характерным запахом, Т кип. 110,6°С, Т пл. 95°С, плотность 0,867 при 20°С, растворим в спирте, эфире. Оказывает наркотическое действие на организм.

О-ксилол - бесцветная жидкость. Т кип. 144,40°С, Т пл. 25,17°С, плотность 0,881 при 20°С. Оказывает наркотическое действие на организм. Действует раздражающе на кожу.

М-ксилол - бесцветная жидкость, Т кип. 139,1°С, Т пл. 48,87°С, плотность 0,864 при 20°С. Оказывает наркотическое действие на организм. Действует раздражающе на кожу.

Уайт-спирит, этилацетат, толуол, м- и о-ксилолы в воздухе находятся в виде паров.

ПДК в воздухе уайт-спирита 300 мг/м^3, этилацетата 200 мг/м^3, толуола 150 мг/м^3 - максимальная разовая, 50 мг/м^3 - среднесменная, ксилола 50 мг/м^3.

Характеристика метода

Метод основан на использовании газожидкостной хроматографии с использованием пламено-ионизационного детектора.

Отбор проб без концентрирования.

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

Нижний предел измерения в воздухе 20 мг/м^3.

Диапазон измеряемых концентраций в воздухе от 20 до 400 мг/м^3.

Измерению не мешает присутствие ацетона, бутанола, бутилацетата.

Суммарная погрешность не превышает ± 25%.

Время выполнения измерения (включая отбор проб) 10 минут.

Приборы, аппаратура, посуда

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором.

Колонка из нержавеющей стали, длиной 2 м, диаметром 3 мм.

Газовая пипетка вместимостью 1 л, ГОСТ 18954-73.

Шприцы медицинские стеклянные вместимостью 1 и 100 мл, ТУ 64-1-378-78.

Линейка измерительная, ГОСТ 8309-75.

Лупа измерительная, ГОСТ 427-75.

Секундомер, ГОСТ 5072-79.

Реактивы и материалы

Уайт-спирит.
Этилацетат, ГОСТ 22300-76, ч.
Толуол, ГОСТ 5789-78, ч.д.а.
О-ксилол, ТУ 6-09-3825-78, ч.
М-ксилол, ТУ 6-09-2438-77, ч.
Насадка для хроматографической колонки - Карбовакс 20М 10% на инертоне AW.
Газообразный азот, ГОСТ 9293-74, в баллоне с редуктором.
Водород, ГОСТ 3022-80, в баллоне с редуктором.
Воздух, ГОСТ 11882-73, в баллоне с редуктором.

Отбор пробы воздуха

Отбор пробы воздуха проводят в медицинские шприцы вместимостью 100 мл. Шприц предварительно продувают 10-15 раз исследуемым воздухом. Шприцы закрывают заглушками. Анализы следует проводить в день отбора проб.

Подготовка к измерению

Хроматографическую колонку заполняют насадкой с подсоединением вакуума.

Колонку помещают в термостат хроматографа и, не подсоединяя к детектору, кондиционируют при скорости газа-носителя 30 мл/мин и температуре термостата колонок 170°С в течение 10 часов.

Для построения градуировочного графика готовят стандартные смеси веществ с воздухом (для каждого вещества отдельно) в газовой пипетке вместимостью 1 л, в которую вносят 10 мкл вещества. Соответствующим разведением готовят стандартные смеси с содержанием вещества 0,02-0,4 мг/л в медицинских шприцах вместимостью 100 мл, затем шприцы термостатируют при 60-70°С в течение 15-20 минут и вводят в испаритель хроматографа по 1 мл стандартных смесей. Проводят 5 параллельных определений для каждой концентрации и строят градуировочный график, выра-

жающий зависимость высоты пика (мм) от количества определяемого компонента (мкг).

Условия хроматографирования градуировочных смесей и анализируемых проб

Температура термостата колонок 90°С
Температура испарителя 150°С
Скорость потока газа-носителя 30 мл/мин
Скорость потока водорода 30 мл/мин
Скорость потока воздуха 300 мл/мин
Скорость движения диаграммной ленты 240 мм/час
Объем вводимой пробы 1 мл
Время удерживания: уайт-спирита 55 сек
этилацетата 2 мин 25 сек
толуола 3 мин 50 сек
м-ксилола 5 мин 47 сек
о-ксилола 7 мин 40 сек.

Проведения измерения

Перед анализом шприц с пробой воздуха термостатируют при 60-70°С в течение 15-20 мин, после чего пробу воздуха в количестве 1 мл вводят с помощью медицинского шприца в испаритель хроматографа через самоуплотняющуюся мембрану. Записывают хроматограмму, вычисляют высоту пика и по градуировочному графику находят количество определяемого компонента.

Расчет концентрации

Концентрации веществ "С" в воздухе (в мг/м^3) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \cdot 1000}{V}$$, где

а - количество компонента, найденное по градуировочному графику, мкг;
V - объем воздуха, взятый для анализа, мл.

Приложение 1.
Справочное

Приведение объема воздуха к условиям по ГОСТ 12.1.016-79 (температура 20°С, давление 760 мм рт.ст.) проводят по следующей формуле:

$$V = \frac{Vt\ (273+20)\cdot P}{(273+t^{o})\cdot 101,33}$$, где

Vt - объем воздуха, отобранный для анализа, л;
P - барометрическое давление, (кПа) (101,33 кПа = 760 мм рт.ст.);
t^{o} - 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 Vt на соответствующий коэффициент.

Коэффициент К 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)	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	1,1763	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	1,1159	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	0,999	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	0,8475	0,9527	0,9579	0,9631	0,9683	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	0,9917
[illegible]	[illegible]2	0,9464	0,9516	0,9566	0,9618	0,9669	0,9721	0,9773	0,9755	0,9851
+28	0,9349	0,9401	0,9453	0,9503	0,9655	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785
+30	0,9288	0,9339	0,9891	0,9440	0,9432	0,9542	0,9594	0,9646	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