МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

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

ХХП

МОСКВА - 1988 г.

gost.e-ecolog.ru



Заместитель главного государственного санитарного врача СССР
А.И.Заиченко
«21» 10 1987 г.
№ 4472-87

М Е Т О Д И Ч Е С К И Е У К А З А Н И Я
ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ АЦЕТАЛЬДЕГИДА И ВИНИЛАЦЕТАТА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

CH_3CHO М.м. 44,05

Ацетальдегид (уксусный альдегид) бесцветная жидкость с сильным запахом, Тплавл.-123,5°С, Ткип.21°С. Смешивается с водой, этиловым спиртом, эфиром бензолом. Окисляется в уксусную кислоту.

В воздухе находится в виде паров.

Действует раздражающе на слизистые оболочки верхних дыхательных путей.

ПДК ацетальдегида 5 мг/м³.

$CH_3CO_2CH{\cdot}CH_2$ М.м. 86,09

Винилацетат (уксусновиниловый эфир) бесцветная жидкость с резким запахом, плотн.0,932, Ткип.72,3°С, растворяется в спирте и эфире.

В воздухе находится в виде паров,

Действует как наркотик, раздражает дыхательные пути и слизистые оболочки глаз.

ПДК винилацетата 10 мг/м³.

ХАРАКТЕРИСТИКА МЕТОДА

Метод основан на использовании газожидкостной хроматографии с применением пламенно-ионизационного детектора. Отбор пробы без концентрирования.

Нижний предел измерения в хроматографируемом объеме для ацетальдегида 0,005 мкг, винилацетата 0,01 мкг.

Нижний предел измерения в воздухе для ацетальдегида 2,5 мг/м^3, для винилацетата 5 мг/м^3.

Диапазон измеряемых концентраций от 2,5 до 25 мг/м^3 для ацетальдегида, от 5 до 50 мг/м^3 для винилацетата.

Измерению не мешают фталаты, уксусная кислота.

Суммарная погрешность измерения не превышает ± 25%.

Время выполнения измерения, включая отбор проб не превышает 15 минут.

ПРИБОРЫ, АППАРАТУРА, ПОСУДА

Газовый хроматограф с пламенно-ионизационным детектором.

Шприцы медицинские стеклянные вместимостью 50-100 мл ТУ 64-1-1279-80.

Микрошприц МШ-10, ГОСТ 8043-75.

Колонка стальная длиной 2 м, диаметром 3 мм.

Секундомер, ГОСТ 5072-79.

Шприцы медицинские типа "Рекорд", ГОСТ 18187-77 на 1, 2, 5 мл.

Пипетка газовая на 1 литр.

Лупа измерительная, ГОСТ 8309-75.

РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ, МАТЕРИАЛЫ

Ацетальдегид, ч.

Винилацетат ТУ 6П-158-68

Азот газообразный в баллонах с редуктором, ГОСТ 9293-74

Водород технический в баллоне с редуктором, ГОСТ 3022-80

Воздух для питания пневматических приборов и средств автоматизации ГСП, в баллоне с редуктором, ГОСТ 11882-73

Носитель инертон AW-HMDS с 10% карбовакса 20М фракция (0,20-0,30 мм) (ЧССР).

ОТБОР ПРОБЫ ВОЗДУХА

Отбор пробы воздуха проводят в шприцы вместимостью 50-100 мл путем десятикратного воздухообмена. Отобранные пробы закрывают заглушками. Срок хранения пробы не более 3 часов.

ПОДГОТОВКА К ИЗМЕРЕНИЮ

С помощью вакуум-насоса заполняют хроматографическую колонку инертоном AW-HMDS с 10% карбовакса 20М, которую кондиционируют в токе газа-носителя при температуре 150° в течение 24 часов до получения устойчивой нулевой линии. Прибор для работы готовят согласно инструкции.

Градуировочные смеси готовят в газовой пипетке на 1 л. Для этого в вакуумированную пипетку помещают по 1 мкл ацетальдегида и винилацетата и оставляют на 1 час для испарения и перемешивания.

Градуировочные растворы с содержанием ацетальдегида и винилацетата 0,005 мкг, 0,01; 0,025; 0,04; 0,05 мкг готовят соответствующим разбавлением основного градуировочного раствора и в количестве 2 мл вводят в хроматограф через самоуплотняющуюся мембрану испарителя.

Строят градуировочную кривую выражающую зависимость площадей полученных пиков ($мм^2$) от заданных количеств ацетальдегида и винилацетата (мкг). Площадь пика получают умножением высоты пика на его ширину, проведенную на половине высоты.

Построение градуировочной кривой необходимо проводить не менее чем по 6 точкам, проводя пять параллельных определений для каждой концентрации.

Условия хроматографирования градуировочных смесей и анализируемых проб

Температура колонки	95°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	200 мм/мин
Время удерживания ацетальдегида	37 с
Время удерживания винилацетата	1 мин.26 с.

ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЯ

2 мл пробы вводится с помощью медицинского шприца типа "Рекорд" в хроматограф через самоуплотняющуюся мембрану. Вычисляют площадь полученных пиков и по градуировочному графику находят количество ацетальдегида и винилацетата.

РАСЧЕТ КОНЦЕНТРАЦИИ

Концентрацию ацетальдегида и винилацетата в мг/м^3 (С) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \cdot 1000}{\beta} \text{ мг/м}^3, \text{ где}$$

a - количество ацетальдегида и винилацетата, найденное по градуировочному графику, мкг;

β - 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:

$$V = \frac{V_t (273 + 20) \cdot P}{(273 + t^\circ) \cdot 101{,}33}$$, 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
-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	1,1159	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	0,9999	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	0,9830	0,9884	0,9936	0,9989	1,0043	1,0069	1,0122
+20	0,9605	0,9658	0,9711	0,9763	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
+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	0,248	0,9297	0,9347	0,9397	0,9421	0,9471

gost.e-ecolog.ru