МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

Выпуск XVI

Москва, 1980

gost.e-ecolog.ru

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

Москва, 1980 г.

Сборник методических указаний составлен методической секцией по промышленно-санитарной химии при проблемной комиссии "Научные основы гигиены труда и профессиональной патологии".

Выпуск XVI

Настоящие методические указания распространяются на определение содержания вредных веществ в воздухе промышленных помещений при санитарном контроле.

Редакционная коллегия: Тарасов В.В., Бабина М.Д., Набиев М.Н., Дьякова Г.А., Озечкин В.Г.

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Главного государственного санитарного врача СССР
_____ А.И.ЗАЙЧЕНКО
"23" сентября 1980 г.
№ 2257-80

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭТИЛЕНХЛОРГИДРИНА В ВОЗДУХЕ

Этиленхлоргидрин CH_2 Cℓ CH_2 OH /β -хлорэтиловый спирт, I-хлорэтанол-2/ бесцветная жидкость, со слабым запахом. М.м.80,52, плотность I,2I30 г/см^3, Т.кип. I28,8^{0}С, Т.пл. 69^{0}С. Смешивается в любых пропорциях с водой и органическими растворителями.

I. Общая часть

I. Определение основано на использовании газожидкостной хроматографии на приборе с пламенно-ионизационным детектором. Отбор проб с концентрированием.

2. Предел обнаружения 0,04 мкг в анализируемом объеме воздуха.

3. Предел обнаружения в воздухе 0,2 мг/м^3(расчетный)

4. Погрешность определения ± 3,6%

5. Диапазон измеряемых концентраций 0,2 – I0 мг/м^3

6. Определению не мешают хлорорганические соединения. Мешают определению спирты с таким же временем удерживания.

7. Предельно допустимая концентрация в воздухе – 0,5 мг/м^3.

II. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые реактивы.

Этиленхлоргидрин, ч, МРТУ-6-09-4878-67, температура кипения 128,8°С.

Хромосорб W с зернением 60-80 меш.

Полиэтиленгликоль-адипинат.

Ацетон, х.ч., ГОСТ 2603-71

Газообразные азот, водород и воздух в баллонах с редукторами.

9. Применяемые посуда и приборы.

Газовый хроматограф с пламенно-ионизационным детектором.

Хроматографические колонки из нержавеющей стали длиной 1 м и внутренним диаметром 3 мм.

Концентрирующая колонка.

Дозирующее устройство

Шприцы медицинские емкостью 100 мл, ТУ 64-2-55-70

Шкаф сушильный с нагревом до 200°С.

Компрессор

Секундомер

III. Отбор проб воздуха

10. Пробу воздуха отбирают в цельностеклянные медицинские шприцы, емкостью 100 мл. Шприц предварительно продувают 10-15 раз исследуемым воздухом. После отбора проб на шприц надевают иглу, отверстие которой закрывают резиновой пробкой. Пробы сохраняются не более 5 часов.

IV. Описание определения

Для приготовления насадки хроматографической колонки 10 г полиэтиленгликольадипината растворяют в 200 мл ацетона и к раствору добавляют 100 г хромосорба W. Смесь нагревают на водяной

бане при осторожном перемешивании до полного удаления растворителя. Затем сушат в сушильном шкафу при температуре 150°С в течение суток. Хроматографическую колонку заполняют насадкой с помощью вибратора и кондиционируют в токе газа-носителя при температуре 150°С до получения стабильной нулевой линии.

Пробы воздуха из шприцов / по 2 шприца в одну пробу, т.е. 200 мл воздуха/ вводят в хроматограф через концентрирующую колонку, присоединенную к крану-дозатору вместо калибровочной дозирующей трубки. Концентрирующая колонка представляет собой U -образную капиллярную трубку с расширением у основания, заполненную той же насадкой, что и хроматографическая колонка.

Концентрирование и подача исследуемого воздуха в хроматограф осуществляется следующим образом. Головка крана-дозатора находится в положении "отбор пробы". Через штуцер "ан.газ", проколов иглой резиновое уплотнение, медленно пропускают весь объем анализируемого воздуха /200 мл/ из шприцов через концентрирующую колонку, предварительно охлажденную в течение 10 минут в воде со льдом.

Затем концентрирующую колонку в течение 5 минут нагревают в кипящей водяной бане. Путем перемещения головки крана-дозатора в положение "анализ", проба из концентрирующей колонки после термической десорбции потоком газа-носителя переносится в хроматографическую колонку. Общую подготовку прибора проводят согласно инструкции.

Условия анализа:

Длина колонки	1 м
Диаметр колонки	3 мм
Твердый носитель	Хромосорб

Жидкая фаза	Полиэтиленгликольадипинат (10%)
Температура колонки	100°С
Скорость потока газа-носителя(азота)	30 мл/мин
Скорость потока водорода	30 мл/мин
Скорость потока воздуха	300 мл/мин
Скорость диаграммной ленты	240 мм/час
Объем анализируемой пробы	200 мл
Время удерживания	2 мин 7 сек

Калибровку прибора осуществляют методом абсолютного калибрования с использованием динамического дозатора, создавая различные концентрации этиленхлоргидрина, строят график зависимости высоты пиков от концентрации. Условия анализа и калибровки должны быть идентичными.

Концентрацию этиленхлоргидрина в воздухе в мг/м^3(X) вычисляют по формуле:

$$X = \gamma_{ст} \frac{h_x \cdot V_{ст}}{h_{ст} \cdot V_{20}}, \text{ где}$$

$\gamma_{ст}$ – концентрация этиленхлоргидрина в стандартной смеси, мг/м^3.

$h_{ст}$ – высота пика стандартной пробы воздуха, мм

h_x – высота пика анализируемой пробы воздуха, мм

$V_{ст}$ – объем воздуха стандартной пробы, л

V_{20} – объем воздуха в л, взятый для анализа и приведенный к стандартным условиям по формуле (см.приложение I).

Приложение I

Приведение объема воздуха к стандартным условиям проводят по следующей формуле:

$$V'_{20} = \frac{V_t \, (273 + 20) \cdot P}{(273 + t^\circ) \cdot 101{,}33}, \text{ где}$$

V'_t – объем воздуха, отобранный для анализа, л

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

t° – температура воздуха в месте отбора пробы, $^\circ C$

Для удобства расчета V'_{20} следует пользоваться таблицей коэффициентов(приложение 2). Для приведения воздуха к стандартным условиям надо умножить V'_t на соответствующий коэффициент.

К О Э Ф Ф И Ц Е Н Т Ы

для приведения объема воздуха к стандартным условиям: температура +20°С и атмосферное давление 101,33 кПа

С	Давление Р, кПа										
	97,33	97,86	98,4	98,93	99,46	100	100,53	101,06	101,33	101,86	102,40
0	1,1582	1,1646	1,1709	1,1772	1,1836	1,1699	1,1963	1,2026	1,2058	1,2122	1,2185
6	1,1393	1,1456	1,1519	1,1581	1,1644	1,1705	1,1768	1,1831	1,1862	1,1925	1,1986
2	1,1212	1,1274	1,1336	1,1396	1,1458	1,1519	1,1581	1,1643	1,1673	1,1735	1,1795
8	1,1036	1,1097	1,1158	1,1218	1,1278	1,1338	1,1399	1,1460	1,1490	1,1551	1,1611
4	1,0866	1,0926	1,0986	1,1045	1,1105	1,1164	1,1224	1,1284	1,1313	1,1373	1,1432
0	1,0701	1,0760	1,0819	1,0877	1,0936	1,0994	1,1053	1,1112	1,1141	1,1200	1,1258
	1,0540	1,0599	1,0657	1,0714	1,0772	1,0829	1,0887	1,0945	1,0974	1,1032	1,1089
	1,0385	1,0442	1,0499	1,0556	1,0613	1,0669	1,0726	1,0784	1,0812	1,0869	1,0925
	1,0309	1,0366	1,0423	1,0477	1,0535	1,0591	1,0648	1,0705	1,0733	1,0789	1,0846
	1,0234	1,0291	1,0347	1,0402	1,0459	1,0514	1,0571	1,0627	1,0655	1,0712	1,0767
	1,0087	1,0143	1,0198	1,0253	1,0309	1,0363	1,0419	1,0475	1,0502	1,0557	1,0612
0	0,9944	0,9999	1,0054	1,0108	1,0162	1,0216	1,0272	1,0326	1,0353	1,0407	1,0462
1	0,9806	0,9860	0,9914	0,9967	1,0021	1,0074	1,0128	1,0183	1,0209	1,0263	1,0316
3	0,9671	0,9725	0,9778	0,9830	0,9884	0,9936	0,9989	1,0043	1,0069	1,0122	1,0175
0	0,9605	0,9658	0,9711	0,9763	0,9816	0,9868	0,9921	0,9974	1,0000	1,0053	1,0105
2	0,9539	0,9592	0,9645	0,9696	0,9749	0,9800	0,9853	0,9906	0,9932	0,9985	1,0036
1	0,9475	0,9527	0,9579	0,9631	0,9683	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	0,9917	0,9968
5	0,9412	0,9464	0,9516	0,9566	0,9618	0,9669	0,9721	0,9773	0,9799	0,9851	0,9902
5	0,9349	0,9401	0,9453	0,9503	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785	0,9836
0	0,9288	0,9339	0,9391	0,9440	0,9492	0,9542	0,9594	0,9645	0,9670	0,9723	0,9772

I	2	3	4	5	6	7	8	9	I0	II	I2
+34	0,9I67	0,92I8	0,9268	0,93I8	0,9368	0,94I8	0,9468	0,95I9	0,9544	0,9595	0,9644
+38	0,9049	0,9099	0,9I49	0,9I98	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,942I	0,947I	0,9520

gost.e-ecolog.ru