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".

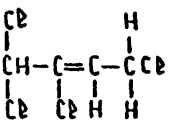
Выпуск XVI

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.
№ 2242-80

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕТРАХЛОРБУТЕНА В ВОЗДУХЕ



М.м. 194

Тетрахлорбутен имеет Т.кип. 180°С, хорошо растворяется в масле, плохо в воде. Агрегатное состояние в воздухе – пары.

I. Общая часть

I. Определение основано на использовании газожидкостной хроматографии на приборе с пламенно ионизационным детектором. Отбор пробы с концентрированием в трубке накопителе.

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

3. Предел обнаружения тетрахлорбутена I мг/м^3 (расчетный)

4. Погрешность определения ± 8%

5. Диапазон измеряемых концентраций I,0 – I00 мг/м^3

6. Определению не мешает дихлорбутен

7. Предельно допустимая концентрация в воздухе – 2 мг/м^3

II. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые реактивы и растворы

Тетрахлорбутен перегнанный

Хлористый метилен МРТУ 6-09-5362-68

Хезосорб, фракция 0,3-0,6 мм

Силиконовый каучук (полисилоксан) марка Е-30I

Пентан, чда, ТУ 6 П-37-69

Газообразный гелий, водород, воздух в баллонах с редукторами

9. Применяемая посуда и приборы

Хроматограф с пламенно ионизационным детектором

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

Генератор водорода СГС-2.

Обогатительные трубки для отбора пробы, из нержавеющей стали диаметром 3 мм, длиной 30-50 см

Сосуд Дьюара

Вакуумный насос

Газовые пипетки ГОСТ I8954-73, емкостью I00 и 500мл

Аспирационное устройство

Набор сит "Физприбор"

Печь электрическая для термической десорбции проб

Электрическая плита или водяная баня

Микрошприцы на I0 мкл

Секундомер

Линейка и лупа измерительные.

III. Отбор проб воздуха

I0. Пробу воздуха отбирают в газовые пипетки емкостью 200 мл. Через газовую пипетку аспирируют десятикратный объем воздуха со скоростью 0,3-0,6 л/мин. Пипетки закрывают заглушками.

IУ. Описание определения

II. Для приготовления насадки для хроматографической колонки и пробоотборной трубки взвешивают соответствующее количество твердого носителя (в расчете на объем колонки), затем берут жидкую фазу в количестве, составляющем 8% от веса твердого носителя и растворяют в метиленхлориде, который берется с таким расчетом, чтобы твердый носитель находился под его тонким слоем. При осторожном и постоянном перемешивании выпаривают на водяной бане растворитель до получения сыпучей массы и заполняют ею колонку и концентрационную трубку.

Затем присоединяют колонку к хроматографу, а концентрационную трубку к дозатору, продувают газом носителем в течение 8–10 часов, начиная с комнатной температуры при выключенном детекторе, затем постепенно повышают температуру до максимальной рабочей температуры жидкой фазы, продувают полчаса, включают детектор, снижают температуру до необходимой(по условиям анализа) и продолжают продувку до стабилизации нулевой линии.

Для определения тетрахлорбутена один конец газовой пипетки с пробой присоединяют к одному концу трубки для концентрирования пробы, погруженной в сосуд Дьюара, за пять минут до присоединения, где с помощью сухого льда поддерживается температура минус 70°С. Другой конец трубки присоединяют к вакуум-насосу и протягивают 5 кратный объем воздуха через пипетку, вымывая пробу в трубку. Затем присоединяют трубку к дозатору хроматографа, нагревают ее с помощью печки в течение одной минуты при температуре 100°С, открывают кран дозатора и проба поступает в хроматограф.

Условия анализа:

Длина колонки	3 м
Диаметр колонки	3 мм
Твердый носитель	хезасорб
Жидкая фаза	Е-301, 8% от веса носителя
Температура термостата	100°С
Температура испарителя	250°С
Скорость потока газа-носителя	50 мл/мин
Скорость потока водорода	30 мл/мин
Скорость потока воздуха	150 мл/мин
Скорость диаграммной ленты	1 см/мин
Объем вводимой пробы	200 мл
Продолжительность анализа	15 мин
Время удерживания	3 мин 20 сек

Для калибровки прибора готовят паровоздушную смесь. Для чего 3 мкл вещества вносят в бутыль, емкостью 20 л, в которой предварительно создан вакуум для облегчения испарения. Через 1,5 – 2 часа после испарения вещества, слегка приоткрывается вставленная в пробку трубка для снятия вакуума. Затем из этой смеси вводятся в хроматограф 1,2,4,8 мл и по полученным пикам строят калибровочную кривую, выражающую зависимость площади пика от количества компонента.

Во взятых объемах содержится: $2{,}2 \cdot 10^{-4}$; $4{,}4 \cdot 10^{-4}$, $8{,}8 \cdot 10^{-4}$ и $17{,}6 \cdot 10^{-4}$ мг вещества. Данная калибровочная кривая позволяет при объеме пробы 200 мл определять 1-10 мг/м^3 тетрахлорбутена.

Концентрацию тетрахлорбутена (Х) в мг/м^3 воздуха вычисляют по формуле:

$$X = \frac{y}{V_{20}}$$, где

y – количество тетрахлорбутена, найденное по калибровочному графику, мкг

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