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".

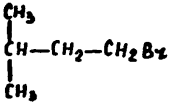
Выпуск XVI

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.
№ 2232-80

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИЗОАМИЛБРОМИДА В ВОЗДУХЕ



М.м. 151,06

Изоамилбромид. жидкость с Т.кип. 121°С, упругостью пара 12,8 мм рт.ст. при 20°С и удельным весом 1,19 при 20°С. Агрегатное состояние в воздухе – пары.

I. Общая часть

I. Определение основано на использовании газожидкостной хроматографии при работе на приборе с пламенно-ионизационным детектором. Отбор проб без концентрирования.

2. Предел обнаружения 0,015 мкг в анализируемом объеме воздуха

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

4. Погрешность определения ± 10%

5. Диапазон измеряемых концентраций 3–30 мг/м^3

6. Определению не мешает изоамиловый спирт, мешает 2-бромпентан.

7. Предельно допустимая концентрация изоамилбромида в воздухе 5 мг/м^3.

II. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые реактивы

Изоамилбромид, ч, МРТУ 6-09-380-63

Хлороформ, х.ч. ГОСТ 215-74

Целит 545 или целит С-22, фракции 80-100 меш

Силиконовое масло ДС-550

Газообразные азот, водород и воздух в баллонах с редукторами

9. Применяемые посуда и приборы

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором

Колонка из нерж.стали, длиной 1 м, диаметром 3 мм

Шприцы медицинские, емкостью 100, 10, 5 мл

Микрошприцы

Секундомер

Лупа измерительная

Баня водяная

Стеклянные бутыли емкостью 20 л

III. Отбор проб воздуха

10. Пробу воздуха отбирают в медицинские шприцы, емкостью 100 мл. Шприцы закрывают заглушками. Контакт пробы воздуха с резиной должен быть возможно малым. Анализы необходимо проводить в день отбора проб.

IУ. Описание определения

11. Для приготовления насадки колонки 15% силиконового масла ДС-550 от веса твердого носителя растворяют в хлороформе и заливают этим раствором целит 545, помещенный в выпарительную чашку. Хлороформ удаляют на водяной бане при осторожном перемешивании.

затем насадку сушат в сушильном шкафу при температуре 100°С до полного удаления растворителя.

Колонку равномерно заполняют с помощью вакуума подготовленной насадкой и кондиционируют при 120°С в течение 5-6 часов в токе газа-носителя при отключенном детекторе. Общую подготовку прибора проводят согласно инструкции.

Пробы воздуха для анализа отбирают из большого шприца в малые медицинские, прокалывая резинку заглушки и вводят через самоуплотняющуюся мембрану в испаритель хроматографа. Необходимо всю серию анализов проводить одним шприцом, скорость ввода пробы должна быть постоянной.

Условия анализа:

Длина колонки	1 м
Диаметр колонки	3 мм
Твердый носитель	Целит 545(80-100 меш)
Жидкая фаза	Силиконовое масло ДС-550
Температура колонки	100°С
Температура испарителя	140°С

Скорость потока газа-носителя(азота) 30 мл/мин

Скорость потока водорода 30 мл/мин

Скорость потока воздуха 300 мл/мин

Скорость диаграммной ленты 600 мм/час

Объем вводимой пробы 5 мл

Время удерживания изоамилбромида 2 мин 42 сек

Количественное определение проводят методом абсолютной калибровки. Для приготовления калибровочных смесей в отвакуумированную бутыль емкостью 20 л вводят микрошприцом 5 мкл изоамилбромида, бутыль заполняют воздухом. Для лучшего перемешивания нижнюю часть

бутыли следует попеременно нагреть и охладить. Последовательно соединяют три бутыли с одинаковой концентрацией изоамилбромида. Через 2–3 часа из бутыли берут 10 мл пробы и разбавляют воздухом до 100 мл. Аликвоты от 0,5 мл до 5 мл вводят в хроматограф и строят калибровочный график.

Концентрацию изоамилбромида в мг/м^3 воздуха (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{g}{V_{20}}, \text{ где}$$

g – количество изоамилбромида, 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