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" декабря 1980 г.
№ 2215-80

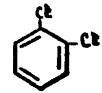
МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ БЕНЗОЛА, ХЛОРБЕНЗОЛА, 1,2-и 1,4-ДИХЛОРБЕНЗОЛА, 1,2,4-ТРИХЛОРБЕНЗОЛА, 1,2,4,5-ТЕТРАХЛОРБЕНЗОЛА В ВОЗДУХЕ ПРОМЫШЛЕННЫХ ПРЕДПРИЯТИЙ.



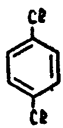
Бензол



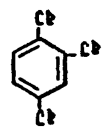
Хлорбензол



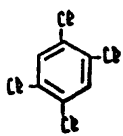
1,2-Дихлорбензол



1,4-Дихлорбензол



1,2,4-Трихлорбензол



1,2,4,5-Тетрахлорбензол

Таблица 5

Физико-химические свойства

Соединение	М.м.	Растворимость	Температура кипения (плавления °С)	Упругость пара, мм.рт.ст	Агрегатное состояние
Бензол	78,I2	Растворим в органических растворителях	80,I / 5,5 /	75,I4 при 20°С	пары
Хлорбензол	II2,56	Растворим в спирте и др. органич. растворителях	I32,2	8,76 при 22°С	пары
I,2-Дихлорбензол	I47,0I	Растворим в спирте, эфире, бензоле, гексане	I80-I83 /I7,5/	I,5 при 20°С	пары
I,4-Дихлорбензол	I4I,0I	Растворим в бензоле, гексане, эфире, горячем спирте, хлороформе	I72-I74	I,0 при I6,7°С	пары
I,2,4-Трихлорбензол	I8I,46	Растворим в гексане, трудно в этиловом спирте	2I3 / I7 /	I,56 при I8°С	пары
I,2,4,5-Тетрахлорбензол	2I5,90	Растворим в бензоле, гексане, эфире, хлороформе	240-6 /I38,I40-I44/	40,0 при I46°	пары аэрозоль

I. Общая часть

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

2. Предел обнаружения бензола 0,00I мкг, хлорбензола, дихлорбензола, трихлорбензола и тетрахлорбензола 0,005 мкг в анализируемом объеме раствора.

3. Предел обнаружения бензола 0,5 мг/м^3, хлорбензола, дихлорбензола, трихлорбензола 2,5 мг/м^3, тетрахлорбензола – 0,25 мг/м^3 (расчетный).

4. Погрешность определения ± 20%

5. Диапазон измеряемых концентраций бензола 0,5 – I6 мг/м^3, хлорбензола – 2,5 – I00 мг/м^3, дихлорбензола – 2,5 – 66 мг/м^3, трихлорбензола 2,5 – 50 мг/м^3, тетрахлорбензола 0,25 – I5 мг/м^3.

6. Предельно допустимая концентрация паров бензола, хлорбензола, дихлорбензола и трихлорбензола в воздухе соответственно 5; 50; 20; I0 мг/м^3, для тетрахлорбензола не установлена.

II. Реактивы и аппаратура

7. Применяемые реактивы.

Бензол, хлорбензол хроматографически чистые

Дихлорбензол, трихлорбензол и тетрахлорбензол перекристаллизованные из эфира.

Ацетон, ГОСТ 2603-71, перегнанный.

Гексан нормальный, ТУ 6-09-3375-73

Хлороформ, ГОСТ 2I5-74

Стандартный раствор № 1, содержащий 0,2 мг/мл I,2,4,5- тетрахлорбензола готовят растворением навески I0 мг в гексане в мерной колбе, емкостью 50 мл, Раствор устойчив 3 суток.

Стандартный раствор № 2, содержащий 20 мкг/мл, готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № I. Устойчив 6 часов.

Твердый носитель: целит – 545 фракция 60/80 меш.

Неподвижные фазы : силиконовый эластомер Е-30I, бентон – 8, хроматографические чистые.

Газообразный азот, водород, воздух в баллонах с редукторами.

8. Применяемые посуда и приборы.

Хроматограф серии "Цвет-100" с детектором ионизационно-пламенным, работающим в дифференциальной схеме, и двумя хроматографическими колонками из нержавеющей стали длиной по 2 м и внутренним диаметром 3 мм.

Аспирационное устройство.

Шприцы медицинские с силиконовой прокладкой на 2-5 мл.

Микрошприцы на 10 мкл.

Фильтры бумажные (синяя лента).

Фильтродержатели.

Пипетки газовые ГОСТ 18954-73, емкостью 250-500 мл со стеклянными кранами.

Пипетки, ГОСТ 20292-74, емкостью 5,10 мл с ценой деления 0,1 мл.

Печка электрическая для термической десорбции проб.

Дозатор статического типа (бутыль емкостью 15-20л)

Лупа измерительная

Ш. Отбор проб воздуха

9. Пробу воздуха отбирают в вакуумированные газовые пипетки емкостью 250-500 мл. Пипетки закрывают. Пробы сохраняются 1 рабочий день.

Аэрозоль тетрахлорбензола задерживают фильтром, аспирируя до 20 л исследуемого воздуха со скоростью 8-10 л/мин через фильтродержатель с бумажным фильтром.

IУ. Описание определения.

10. Для приготовления насадки для хроматографической колонки, целит - 545 высушивают в сушильном шкафу при 250°С в течение 4 ч., охлаждают в эксикаторе. Бентон-8 (8% от веса носителя) высыпают в бикс с бензолом и оставляют на 1 сутки для набухания. Полученной суспензией обрабатывают носитель. Силиконовый эластомер

Е-301 в количестве 15% от веса носителя растворяют в хлороформе и наносят перемешивая на обработанный бентоном носитель, растворители испаряют и затем высушивают при 120° в течение 3 часов до исчезновения запаха растворителей, заполняют колонки приготовленной насадкой под легким вакуумом. Колонки кондиционируют при 250°С, в течение 6 часов, в токе азота.

Газовые пипетки с отобранной пробой помещают в термостат при 80°С на 10 мин. Отбирают на анализ 2 мл парогазовой смеси подогретым до той же температуры стеклянным шприцом с силиконовой прокладкой.

Фильтр с аэрозолем тетрахлорбензола заливают на 1 час 2 мл гексана.

Вводят 2 мл парогазовой смеси или 2 мкл гексанового экстракта в испаритель хроматографа через самоуплотняющуюся мембрану.

Условия анализа:

Длина колонки 2 м.

Диаметр колонки 3 мм.

Твердый носитель Целит - 545

Жидкая фаза бентон-8 и Е -301

Температура колонки 150°С

Температура испарителя 240°С

Скорость потока газа-носителя(азота) 20 мл/мин

Скорость потока водорода 33 мл/мин

Скорость потока воздуха 330 мл/мин

Скорость диаграммной ленты 600 мм/ч.

Объем вводимой пробы 2 мл и 2 мкл

Время удерживания:

Бензол 1 мин 5 сек

Хлорбензол 1 мин 50 сек

I,4 – Дихлорбензол	2 мин I5 сек
I,2 – Дихлорбензол	3 мин 40 сек
I,2,4– Трихлорбензол	6 мин I0 сек
I,2,4,5–Тетрахлорбензол	I0 мин
I,2,4,3–Тетрахлорбензол	I2 мин 5 сек

Калибровочные смеси бензола, дихлорбензола, хлорбензола;трихлорбензола с воздухом готовят в дозаторах статического типа. В дозатор помещают бикс с образцом на I2 часов, после чего бикс вынимают, газовую смесь перемешивают, переворачивая дозатор. Через I час, после установления равновесия, исходную концентрацию компонентов определяют химическим способом. Содержание бензола определяют по известной реакции Яновского. Аспирируют I л парогазовой смеси через поглотительный прибор с 2 мл нитросмеси. Скорость аспирации 0,I – 0,2 л/мин.

Исходную концентрацию хлорированных ароматических углеводородов определяют по реакции образования полиметиновых красителей, аспирируя до I л парогазовой смеси со скоростью 0,I–0,2 л/мин через поглотительный прибор с I мл нитросмеси.

Строят калибровочные кривые зависимости площади пика от количества компонента.

Исходную парогазовую смесь из дозатора статического типа отбирают в газовые пипетки и помещают на I0 мин в термостат при 80°С. Из пипеток парогазовую смесь отбирают подогретым шприцем на 2 мл. Дальнейшее разведение газовой смеси производят в этом шприце, отбирая на анализ 0,I; 0,3; 0,5; 0,7; 0,9; I,0 мл парогазовой смеси и доводят чистым воздухом до 2 мл.

Проводят не менее 5 определений для каждой концентрации.

Условия анализа и калибровки должны быть идентичны.

Калибровочный график для определения тетрахлорбензола строят по хроматографическим данным результатов определения тетрахлорбензола в н-гексане. Готовят серию растворов /не менее 5/ с содержанием тетрахлорбензола 2,5–15 мкг/мл. На анализ отбирают 2 мкл раствора.

Для определения вредного вещества в газовой фазе концентрацию компонента в мг/м^3 воздуха (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{\mathcal{G}}{V_{20}} \text{ мг/м}^3, \text{ где}$$

$\mathcal{G}$ – количество компонента, найденное по калибровочному графику, мкг;

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

При определении вредного вещества в растворе концентрацию компонента в мг/м^3 воздуха (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{\mathcal{G} \cdot V_1}{V \cdot V_{20}}, \text{ где}$$

$\mathcal{G}$ – количество вещества, найденное в анализируемом объеме жидкости, мкг

V_1 – общий объем жидкости, мл

V – объем жидкости, взятый для анализа, мл

V_{20} – объем воздуха в л, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям (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