

Всесоюзный центральный научно-исследовательский
институт охраны труда ВЦСПС

Главное санитарно-эпидемиологическое управление
Министерства здравоохранения СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

**ДЛЯ РАЗДЕЛЬНОГО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ
АЦЕТОНА, ТОЛУОЛА ЭПИХЛОРИДРИНА И ФЕНОЛА ПРИ ИХ
СОВМЕСТНОМ ПРИСУТСТВИИ В ВОЗДУХЕ НАСЕЛЕННЫХ
ПУНКТОВ, РАБОЧЕЙ ЗОНЫ И В ВЕНТИЛЯЦИОННЫХ ВЫБРОСАХ**

МОСКВА - 1978

УДК 628 512:643 272.7

Методические указания предназначены для лабораторий санитарно-гигиенических отделов санэпидстанций и санитарных лабораторий промышленных предприятий.

Указания разработаны во Всесоюзном центральном научно-исследовательском институте охраны труда ВЦСПС (канд хим. наук Г.Г. Лукьянова, инженеры Т.А. Кружкова, О.П. Бабурова, Е.Ф. Майборода, Т.И. Ситникова).

“УТВЕРЖДАЮ”

Начальник Главного санитарно-эпидемиологического управления
Министерства здравоохранения
СССР

В.Е.КОВШИЛО

18 августа 1977 г.
№ 1745-77

I. Общая часть

1. Метод основан на использовании газожидкостной хроматографии на приборе с пламенно-ионизационным детектором.
2. Минимально определяемое количество 10^{-2} - 10^{-3} мкг в пробе. Ошибка метода $\pm 5\%$.
3. Определению не мешает формальдегид, этиловый спирт, четыреххлористый углерод.
4. Предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны: ацетона - 200 мг/м^3 , эпихлоргидрина - 1 мг/м^3 , толуола - 50 мг/м^3 , фенола - $0,3 \text{ мг/м}^3$. Предельно допустимая концентрация в воздухе населенных пунктов: ацетона - $0,35 \text{ мг/м}^3$, эпихлоргидрина - $0,2 \text{ мг/м}^3$, толуола - $0,6 \text{ мг/м}^3$, фенола - $0,01 \text{ мг/м}^3$.

II. Реактивы и аппаратура

1. Применяемые реактивы и растворы.
Газообразный водород и азот (или гелий) в баллонах с редуктором, воздух.
Твердый носитель - Хроматон- N .
Жидкая фаза - полифенилметилсилоксан (ПФМС-4).
Ацетон.

2. Применяемая посуда и приборы.
Хроматограф ЛХМ-8МД с пламенно-ионизационным детектором, колонкой из нержавеющей стали и металлической форколонкой.
Шприцы медицинские емкостью от 1 до 10 мл.
Микрошприц металлический с нониусом.
Стеклообразная бутылка с отводными трубками емкостью 20 л.

Аспиратор или воздуходувка с реометром.
Секундомер.
Компрессор медицинский.
Пипетки газовые, ГОСТ 1770-59, емкостью 0,5-1 л.
Линейка и лупа измерительная.

III. Отбор проб воздуха

1. Для рабочих помещений.

Через газовые пипетки протягивают с объемным расходом 2-3 л/мин десятикратный объем воздуха.

2. Для населенных пунктов.

Через металлическую форколону (с той же насадкой, что и в колонке), помещенную в сосуд Дьюара с жидким азотом, протягивают 5 л воздуха. Объемный расход воздуха 0,5 л/мин. После извлечения форколони из сосуда Дьюара дают возможность выйти сконденсировавшемуся кислороду из насадки и затем закрывают выходы форколони заглушками.

IV. Описание определения

1. Подготовка хроматографической колонки.

Полифенилметилсилоксан в количестве 15% от массы носителя растворяют в ацетоне, взятом в двукратном объеме по отношению к объему носителя. Носитель выдерживают в этом растворе при комнатной температуре, непрерывно перемешивая, до полного испарения растворителя. Перемешивание продолжают до полного исчезновения запаха растворителя. Приготовленную насадку хранят в герметически закрытой склянке. Колонку тщательно высушивают в потоке воздуха. Заполняют колонку и форколону, осторожно постукивая по всей их длине. Заполненную колонку помещают в термостат, продувают азотом в течение 24 ч при 190°C, а затем "тренируют" периодическим вводом проб фенола.

2. Проведение анализа воздуха рабочей зоны и вентиляционных выбросов.

Перед взятием проб из пипеток их помещают в термостат с температурой 50°C во избежание адсорбций ацетона, эпихлоргидрина, толуола и фенола стеклом. Затем отбирают 2 мл исследуемого воздуха шприцем и вводят через испаритель в хроматографическую колонку. Прибор предварительно выводят на режим.

3. Проведение анализа воздуха населенных пунктов. Форколонку с отобранной пробой присоединяют к крану-дозатору хроматографа, надвигают на нее нагретую электрическую печь и прогревают в течение 3 мин. После этого переводят кран-дозатор в рабочее положение и выдувают газом-носителем десорбированные компоненты пробы в хроматографическую колонку.

Условия анализа

Длина:	
колонки	- 8 м
форколонки	- 0,4 м
Диаметр:	
колонки	- 3 мм
форколонки	- 3 мм
Температура:	
термостата	- 180 ^o C
электропечи	- 220 ^o C
испарителя	- 200 ^o C
Газ-носитель	- азот
Давление:	
водорода	- 19,6 Па
воздуха	- 19,6 Па
Объемный расход:	
потока газа-носителя	- 40 мл/мин
" водорода	- 40 мл/мин
" воздуха	- 400 мл/мин
Скорость бумажной ленты	- 20 см/ч
Объем анализируемой пробы	- 1-10 мл
Продолжительность анализа	- 15 мин
Время удерживания:	
ацетона	- 2' 50"
эпихлоргидрина	- 5' 25"
толуола	- 5' 50"
фенола	- 14' 10"

С целью калибровки прибора готовят стандартные смеси каждого вещества с воздухом. Для этого готовят расчетные концентрации исследуемых веществ в бутылках емкостью 20 л с отводными трубками. Количество вещества, рассчитанное, исходя из емкости бутылки, чувствительности прибора и плотности вещества, вносят микрошприцем в сосуд через отводные трубки (в случае фенола берется точная навеска) и оставляют для перемешивания на 24 ч.

При калибровке прибора для анализа воздуха рабочей зоны и вен-

тиляционных выбросов из бутылки отбирают шприцем пробы объемом от 0,1 до 2,0 мл и хроматографируют. Все объемы доводят чистым воздухом до 2 мл.

При калибровке прибора для анализа воздуха населенных пунктов из бутылки отбирают шприцем 1 мл воздуха и вводят его в эвакуированную газовую пипетку емкостью 500 мл. Через 2 ч из пипетки отбирают шприцем пробы объемом от 0,1 до 2,0 мл и хроматографируют. Все объемы доводят чистым воздухом до 2 мл. Калибровку прибора в этом случае необходимо проводить посредством ввода пробы в форколону и затем краном-дозатором в хроматограф.

По площадям пиков, которые получают умножением высоты пика на его ширину, измеренную на половине высоты, строят две калибровочные кривые – одну для определения концентраций веществ в воздухе рабочей зоны и в вентиляционных выбросах, другую для анализа воздуха населенных пунктов.

Концентрацию ацетона, эпихлоргидрина, толуола и фенола в мг/м³ воздуха вычисляют по формуле

$$c = \frac{a \cdot 10^6}{V_0},$$

где a – найденное количество вещества, мг;

10^6 – коэффициент пересчета;

V_0 – объем воздуха, взятый для анализа и приведенный к нормальным условиям согласно газовым законам Бойля-Мариотта и Гей-Люссака по формуле

$$V_0 = \frac{V_t \cdot 273 \cdot p}{(273 + t) \cdot 101325} \text{ мл},$$

где V_t – объем воздуха, отобранный для анализа, мл;

p – барометрическое давление, Па;

t – температура воздуха в месте отбора пробы, °С.

Настоящие методические указания основаны на современном и перспективном хроматографическом методе определения, позволяющем количественно с высокой точностью определять ацетон, толуол, эпихлоргидрин и фенол при их совместном присутствии. Этот метод характеризуется малой трудоемкостью и быстротой проведения анализа (3–14 мин) в отличие от старых фотометрических методов.

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ДЛЯ РАЗДЕЛЬНОГО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ
АЦЕТОНА, ТОЛУОЛА, ЭПИХЛОРГИДРИНА И ФЕНОЛА ПРИ ИХ
СОВМЕСТНОМ ПРИСУТСТВИИ В ВОЗДУХЕ НАСЕЛЕННЫХ
ПУНКТОВ, РАБОЧЕЙ ЗОНЫ И В ВЕНТИЛЯЦИОННЫХ ВЫБРОСАХ**

Редактор Л.Л.Лянцкевич

Технический редактор А.В.Ушкова

Подп. в печать 6.06.1978

Л 102338

Формат 60x84/16

П.л. 0,25

Уч.-изд.л. 0,23

Тираж 2500 экз.

Цена 5 коп.

Ротапринт ВЦНИИОТ ВЦСПС. Москва, Оболенский пер., 10. Заказ № 417