

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ
В ВОЗДУХЕ

Выпуск XVI

**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.,
Набзев М.Н., Дьякова Г.А., Озечкин В.Г.

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного государственного санитарного врача СССР

А.И. ЗАИЧЕНКО

"3" сентября 1980 г.

№ 2257-2с

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
НА ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭТИЛЕНХЛОРИДИНА
В ВОЗДУХЕ

Этиленхлоридрин $\text{C}_2\text{H}_2\text{Cl}_2$ / β -хлорэтиловый спирт, I-хлорэтанол-2/ бесцветная жидкость, со слабым запахом. М.м. 80,52, плотность 1,2130 г/см³, Т.кп. 128,8°C, Т.пл. 69°C. Смешивается в любых пропорциях с водой и органическими растворителями.

I. Общая часть

1. 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/м³ (расчетный)
4. Погрешность определения $\pm 3,6\%$
5. Диапазон измеряемых концентраций 0,2 - 10 мг/м³
6. Определению не мешают хлорорганические соединения. Мешают определению спирты с таким же временем удерживания.
7. Предельно допустимая концентрация в воздухе - 0,5 мг/м³.

II. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые реактивы.

Этиленхлоргидрия, ч, МРТУ-6-09-4878-67, температура кипения 128,8°C.

Хромосорб W^A 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.

Дозировочное устройство

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

Шкаф сушильный с нагревом до 200°C.

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 полиэтиленгликоль-адипината растворяют в 200 мл ацетона и к раствору добавляют 100 г хромосорба W^A . Смесь нагревают на водяной

бане при осторожном перемешивании до полного удаления растворителя. Затем сушат в сушильном шкафу при температуре 150°C в течение суток. Хроматографическую колонку заполняют насадкой с помощью вбритора и кондиционируют в токе газа-носителя при температуре 150°C 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. Обслуживание и подготовку прибора проводят согласно инструкции.

Условия анализа:

| | |
|------------------|-----------|
| Длина колонки | 1 м |
| Диаметр колонки | 3 мм |
| Твердый носитель | Хромосорб |

| | |
|--------------------------------------|----------------------------------|
| Бидкая фаза | Полиэтиленгликольадишизеат (10%) |
| Температура колонки | 100°C |
| 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/м³(X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{y_{cm} \cdot h_x \cdot V_{cm}}{h_{cm} \cdot V_{20}}, \text{ где}$$

y_{cm} - концентрация этиленхлоргидрина в стандартной смеси, мг/м³.

h_{cm} - высота пика стандартной пробы воздуха, мм

h_x - высота пика анализируемой пробы воздуха, мм

V_{cm} - 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, $^\circ\text{C}$

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°C и атмосферное давление 101,33 кПа

| С | Давление P, 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 |
| 3 | 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 | 1,1090 |
| | 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 |
| 3 | 0,9412 | 0,9464 | 0,9516 | 0,9566 | 0,9618 | 0,9669 | 0,9721 | 0,9773 | 0,9799 | 0,9851 | 0,9902 |
| 3 | 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 | 10 | 11 | 12 |
|-----|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| +34 | 0,9167 | 0,9218 | 0,9268 | 0,9318 | 0,9368 | 0,9418 | 0,9468 | 0,9519 | 0,9544 | 0,9595 | 0,9644 |
| +38 | 0,9049 | 0,9099 | 0,9149 | 0,9198 | 0,9248 | 0,9297 | 0,9347 | 0,9397 | 0,9421 | 0,9471 | 0,9520 |