

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ  
В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ.

ХХП

МОСКВА - 1988 г.



Замечемка  
Министерства здравоохранения СССР  
И.Заченко  
"21" 1987 г.

№ 4472-82

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ  
АЦЕТАЛЬДЕГИДА И ВИНИЛАЦЕТАТА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



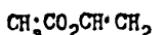
М.м. 44,05

Ацетальдегид (уксусный альдегид) бесцветная жидкость с сильным запахом, Тплавл. 129,5°C, Ткип. 21°C. Смешивается с водой, этиловым спиртом, эфиром бензолом. Окисляется в уксусную кислоту.

В воздухе находится в виде паров.

Действует раздражающе на слизистые оболочки верхних дыхательных путей.

ПДК ацетальдегида 5 мг/м³.



М.м. 86,09

Винилацетат (уксусновиниловый эфир) бесцветная жидкость с резким запахом, плотн.0,932, Ткип. 72,3°C, растворяется в спирте и эфире.

В воздухе находится в виде паров,

Действует как наркотик, раздражает дыхательные пути и слизистые оболочки глаз.

ПДК винилацетата 10 мг/м³.

## ХАРАКТЕРИСТИКА МЕТОДА

Метод основан на использовании газожидкостной хроматографии с применением пламенно-ионизационного детектора. Отбор пробы без концентрирования.

Нижний предел измерения в хроматографируемом объеме для ацетальдегида 0,005 мкг, винилацетата 0,01 мкг.

Нижний предел измерения в воздухе для ацетальдегида  $2,5 \text{ мг}/\text{м}^3$ , для винилацетата  $5 \text{ мг}/\text{м}^3$ .

Диапазон измеряемых концентраций от 2,5 до  $25 \text{ мг}/\text{м}^3$  для ацетальдегида, от 5 до  $50 \text{ мг}/\text{м}^3$  для винилацетата.

Измерению не мешают фталаты, уксусная кислота.

Суммарная погрешность измерения не превышает  $\pm 25\%$ .

Время выполнения измерения, включая отбор проб не превышает 15 минут.

## ПРИБОРЫ, АППАРАТУРА, ПОСУДА

Газовый хроматограф с пламенно-ионизационным детектором.

Причины медицинские стеклянные вместимостью 50-100 мл  
ТУ 64-1-1279-80.

Микрошлициц МШ-10, ГОСТ 8043-75.

Колонка стальная длиной 2 м, диаметром 3 мм.

Секундомер, ГОСТ 5072-79.

Причины медицинские типа "Рекорд", ГОСТ 18187-77 на 1,2,5 мл.

Пипетка газовая на 1 литр.

Лупа измерительная, ГОСТ 8904-75.

## РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ, МАТЕРИАЛЫ

Ацетальдегид, ч.

Винилацетат ТУ 8П-158-68

Азот газообразный в баллонах с редуктором, ГОСТ 9293-74

Водород технический в баллоне с редуктором, ГОСТ 3022-80

Воздух для питания пневматических приборов и средств автоматизации ГСП, в баллоне с редуктором, ГОСТ 11882-73

Носитель инертон АВ-НМД5 с 10% карбовакса 20M фракция (0,20-0,30 мм) (ЧССР).

## ОТБОР ПРОБЫ ВОЗДУХА

Отбор пробы воздуха проводят в ёмкость вместимостью 50-100 мл путем десятикратного воздухообмена. Отобранные пробы закрывают заглушками. Срок хранения пробы не более 3 часов.

## ПОДГОТОВКА К ИЗМЕРЕНИЮ

С помощью вакуум-насоса заполняют хроматографическую колонку инертоном АВ-НМД5 с 10% карбовакса 20M, которую кондиционируют в токе газа-носителя при температуре 150° в течение 24 часов до получения устойчивой нулевой линии. Прибор для работы готовят согласно инструкции.

Градуировочные смеси готовят в газовой пипетке на 1 л. Для этого в вакуумированную пипетку помещают по 1 мл ацетальдегида и винилацетата и оставляют на 1 час для испарения и перемешивания.

Градуировочные растворы с содержанием ацетальдегида и винилацетата 0,005 мкг, 0,01; 0,025; 0,04; 0,05 мкг готовят соответствующим разбавлением основного градуировочного раствора и в количестве 2 мл вводят в хроматограф через самоуплотняющуюся мембрану испарителя.

Строят градуировочную кривую выражющую зависимость площадей полученных пиков ( $\text{мм}^2$ ) от заданных количеств ацетальдегида и винилацетата (мкг). Площадь пика получают умножением высоты пика на его ширину, проведенную на половине высоты.

Построение градуировочной кривой необходимо проводить не менее чем по 6 точкам, проводя пять параллельных определений для каждой концентрации.

Условия хроматографирования градуировочных смесей и анализируемый проб

Температура колонки	95 <sup>0</sup> С
Температура испарителя	150 <sup>0</sup> С
Скорость потока газа-носителя	30 мл/мин
Скорость потока водорода	30 мл/мин
Скорость потока воздуха	300 мл/мин
Скорость движения диаграммной ленты	200 мл/мин
Время удерживания ацетальдегида	37 с
Время удерживания винилацетата	1 мин.26 с.

#### ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЯ

2 мл пробы вводится с помощью медицинского шприца типа "Рекорд" в хроматограф через самоуплотняющуюся мембрану. Вычисляют площадь полученных пиков и по градуировочному графику находят количество ацетальдегида и винилацетата.

### РАСЧЕТ КОНЦЕНТРАЦИИ

Концентрацию ацетальдегида и винилацетата в мг/м<sup>3</sup> (С) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a' 1000}{b} \text{ мг/м}^3, \text{ где}$$

а - количество ацетальдегида и винилацетата, найденное по градуировочному графику, мкг;  
b - объем воздуха, взятый для анализа, мл.

ПРИЛОЖЕНИЕ I  
Справочное

Приведение объема воздуха к условиям по ГОСТ 12.1.016-79 (температура 20°С, давление 760 мм рт.ст.) проводят по следующем формуле:

$$V = \frac{V_t (273 + 20) \cdot P}{(273 + t^\circ) \cdot 101,33} \text{, где}$$

$V_t$  - объем воздуха, отобранный для анализа, л;

$P$  - барометрическое давление, кПа

(101,33 кПа = 760 мм рт.ст.);

$t^\circ$  - температура воздуха в месте отбора пробы, °С.

Для удобства расчета  $V$  следует пользоваться таблицей коэффициентов (приложение 2). Для приведения объема воздуха к температуре 20°С и к давлению 760 мм рт.ст. надо умножить  $V_t$  на соответствующий коэффициент.

## ПРИЛОЖЕНИЕ 2

## Справочное

Коэффициент  $\alpha$  для приведения объема воздуха к условиям по ГОСТ 12.1.016-79

°C	Давление Р, кПа (мм рт.ст.)									
	97,33 (730)	97,86 (734)	98,4 (738)	99,93 (742)	99,46 (746)	100 (750)	100,53 (754)	101,06 (758)	101,33 (760)	101,86 (764)
-30	1,1582	1,1646	1,1709	1,1772	1,1836	1,1899	1,1963	1,2026	1,2058	1,2122
-25	1,1393	1,1456	1,1519	1,1581	1,1644	1,1705	1,1766	1,1831	1,1862	1,1925
-22	1,1212	1,1274	1,1336	1,1396	1,1458	1,1519	1,1581	1,1643	1,1673	1,1735
-18	1,1036	1,1097	1,1159	1,1218	1,1278	1,1338	1,1399	1,1400	1,1490	1,1551
-14	1,0866	1,0926	1,0986	1,1045	1,1105	1,1164	1,1224	1,1284	1,1313	1,1373
-10	1,0701	1,0760	1,0819	1,0877	1,0936	1,0994	1,1053	1,1112	1,1141	1,1200
-6	1,0540	1,0599	1,0657	1,0714	1,0772	1,0829	1,0887	1,0945	1,0974	1,1032
-2	1,0385	1,0442	1,0499	1,0556	1,0613	1,0669	1,0726	1,0784	1,0812	1,0869
0	1,0309	1,0366	1,0423	1,0477	1,0535	1,0591	1,0648	1,0705	1,0733	1,0789
2	1,0234	1,0291	1,0347	1,0402	1,0459	1,0514	1,0571	1,0627	1,0655	1,0712
5	1,0087	1,0143	1,0198	1,0253	1,0309	1,0363	1,0419	1,0475	1,0502	1,0557
10	0,9944	0,999	1,0054	1,0108	1,0162	1,0216	1,0272	1,0326	1,0353	1,0407
14	0,9806	0,9860	0,9914	0,9967	1,0027	1,0074	1,0128	1,0183	1,0209	1,0263
18	0,9671	0,9725	0,9778	0,9830	0,9884	0,9936	0,9989	1,0043	1,0069	1,0122
20	0,9605	0,9658	0,9711	0,9763	0,9816	0,9868	0,9921	0,9974	1,0000	1,0053
22	0,9539	0,9592	0,9645	0,9696	0,9749	0,9800	0,9853	0,9906	0,9932	0,9985
24	0,9475	0,9527	0,9579	0,9631	0,9683	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	0,9917
26	0,9412	0,9464	0,9516	0,9566	0,9618	0,9669	0,9721	0,9773	0,9799	0,9851
28	0,9349	0,9401	0,9453	0,9503	0,9655	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785
30	0,9286	0,9339	0,9891	0,9440	0,9432	0,9542	0,9594	0,9645	0,9670	0,9723
34	0,9167	0,9218	0,9268	0,9318	0,9368	0,9418	0,9468	0,9519	0,9544	0,9595
38	0,9049	0,9099	0,9149	0,9198	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,9421	0,9471