

Министерство здравоохранения Республики Беларусь

УТВЕРЖДАЮ

Главный Государственный
санитарный врач Республики
Беларусь



В.П. Билонов

_____ 1993 г.

Регистрационный номер 76

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ
МЕТАНОЛА И ЭТАНОЛА В АТМОСФЕРНОМ ВОЗДУХЕ

Учреждение разработчик: Белорусский научно-исследовательский
санитарно-гигиенический институт
Авторы: ст.н.сотр. БелНИСГИ Перцовский А.Л., н.сотр. Салей Г.В.

CH_3OH

М.м. 32,04

Метанол (метилловый спирт) – бесцветная жидкость, $T_{\text{кип.}} 64,5^{\circ}\text{C}$,
 $T_{\text{пл.}} -97,9^{\circ}\text{C}$. Растворим в воде, спиртах, бензоле и других ор-
ганических растворителях.

В воздухе находится в виде паров.

Сильный нервный и сосудистый яд с резко выраженным кумулятив-
ным эффектом. Вызывает нарушение зрения.

ПДК в атмосферном воздухе – I $\text{мг}/\text{м}^3$ (м.р.), 0,5 $\text{мг}/\text{м}^3$ (с.с.).

$\text{CH}_3 - \text{CH}_2 - \text{OH}$

М.м. 46,07

Этанол (этиловый спирт) – бесцветная жидкость с характерным
запахом, $T_{\text{кип.}} 78,4^{\circ}\text{C}$. Растворим в воде, спиртах и других ор-
ганических растворителях.

В воздухе находится в виде паров.

Обладает наркотическими действиями. Вызывает сначала возбуж-
дение, а затем паралич центральной нервной системы.

ПДК в атмосферном воздухе – 5 $\text{мг}/\text{м}^3$.

Принцип и характеристика метода

Метод основан на концентрировании проб воздуха в воду и
газохроматографическом анализе на приборе с пламенно-ионизацион-
ным детектором.

Нижний предел измерения составляет 2,5 нг в анализируемом объеме пробы (5 мкл).

Диапазон измеряемых концентраций составляет 0,25–5 мг/м³ при отборе 10 л воздуха.

Измерению не мешают легкие углеводороды, ароматические, терпеновые углеводороды, уксусная кислота, формальдегид, фурфурол. Суммарная погрешность измерения метанола и этанола в воздухе не превышает $\pm 20\%$.

Время выполнения одного измерения, включая отбор пробы воздуха, не превышает 30 минут.

Аппаратура и посуда

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором
Аспирационное устройство, ТУ 64-I-862-72
Колонка хроматографическая длиной 3 м и внутренним диаметром 3 мм

Микрошприц МШ-10М, ГОСТ 8043-75

Секундомер, ГОСТ 5073-72

Поглотительные приборы с пористой пластинкой

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, вместимостью 25, 50 мл

Пипетки мерные, ГОСТ 20292-74, вместимостью 1–5 мл

Ротационный испаритель ИР-1М, ТУ 255-II-917-74

Печь муфельная

Реактивы и растворы

Метиловый спирт, хч, ГОСТ 6995-77

Этиловый спирт, ГОСТ 5963-67, ректификат

Хлороформ, хч, ГОСТ 215-74

Хроматон *N-AW*, фракция 0,16–0,20 (ЧСФР)

Полиэтиленгликоль 20000 (ПЭГ 20М)

Азот, осч, ГОСТ 9293-74

Водород, ГОСТ 3022-70, технический

Воздух, ГОСТ 17433-72, технический, в баллонах с редуктором

Основной стандартный раствор метанола и этанола с концентрацией по 1 мг/мл каждого вещества готовят взвешиванием в мерной колбе на 50 мл (в присутствии небольшого количества воды) по 50 мг каждого вещества и доводят раствор до метки дистиллированной водой. Стандартный раствор устойчив при хранении в холодильнике в течение 7 дней.

Градировочные растворы с концентрацией 0,5, 1,0, 3,0, 6,0 и 10, 0 мкг/мл каждого вещества готовят соответствующим разбавлением дистиллированной водой основного стандартного раствора. Растворы устойчивы при хранении в холодильнике в течение суток.

Отбор проб

Воздух с объемным расходом 0,5 л/мин аспирируют в течение 20 минут через поглотительный прибор с пористой пластинкой, заполненный 5 мл дистиллированной воды при охлаждении (вода со льдом). Отобранные пробы сохраняются в течение суток в холодильнике.

Подготовка к измерению

20 г хроматона прокаливают в фарфоровой чашке в муфельной печи при 800 °С в течение 4-х часов. 2 г ПЭГ 20М растворяют в хлороформе и раствор добавляют к твердому носителю, помещенному в круглодонную колбу на 100 мл. Через 0,5 часа колбу присоединяют к ротационному испарителю и под вакуумом удаляют растворитель при перемешивании сорбента. Сухим сорбентом под вакуумом при постукивании заполняют хроматографическую колонку, присоединяют к хроматографу и без подключения к детектору продувают в течение 12 часов при 180 °С.

После кондиционирования колонку присоединяют к детектору хроматографа, готовят прибор к работе согласно инструкции и выводят на следующий режим:

температура колонки	70 °С
температура испарителя и детектора	200 °С
скорость газа-носителя азота	30 мл/мин
скорость водорода	30 мл/мин
скорость воздуха	300 мл/мин
скорость движения диаграммной ленты	600 мм/час
объем вводимой пробы	5 мкл
время удерживания метанола	6 мин 48 с
время удерживания этанола	7 мин 48 с

Проведение измерения

Поглотительный раствор с отобранной пробой воздуха помещают в пробирку и 5 мкл вводят микрошприцом в испаритель хроматографа.

Количественное определение проводят путем сравнения высот пиков при анализе стандартных растворов и проб и их концентраций. В каждом случае вычисляют среднее значение из 5 измерений.

Расчет концентрации

Концентрацию метанола или этанола в воздухе (С) в мг/м³ вычисляют по формуле:

$$C = \frac{A \cdot h_2 \cdot V_2}{h_1 \cdot V_1 \cdot V_{20}}, \text{ где}$$

A – количество спирта в стандартном растворе, введенном в хроматограф, мкг;

h_1 – высота пика спирта, полученного при хроматографировании стандартного раствора, мм;

h_2 – высота пика спирта, полученного при хроматографировании пробы, мм;

V_1 – объем пробы, вводимой в хроматограф, мл;

V_2 – общий объем поглотительного раствора, мл;

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