Государственная система санитарно-эпидемиологического нормирования Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Газохроматографическое определение α-пирролидона в атмосферном воздухе

Методические указания
МУК 4.1. 785—99

Издание официальное

Минздрав России
Москва • 2000

gost.e-ecolog.ru

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Газохроматографическое определение α-пирролидона в атмосферном воздухе

Методические указания
МУК 4.1.785—99

Издание официальное

ББК 51.21
Г12

Г12 **Газохроматографическое** определение α-пирролидона в атмосферном воздухе: Методические указания.—М.: Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2000.—8 с.

ISBN 5—7508—0208—6

1. Разработаны к. х. н. А. А. Кленкиным (Ростовский государственный строительный университет), с. н. с. А. П. Белянкиной (Ростовский государственный медицинский университет).

2. Утверждены и введены в действие Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации 14 октября 1999 г.

3. Введены впервые.

ББК 51.21

Редактор Пастухов В. В.
Набор, верстка Юшкова Т. Г.
Технический редактор Климова Г. И.

Подписано в печать 29.05.00

Формат 60x90/16 Печ. л. 0,5
Заказ 82

Тираж 3000

ЛР № 021232 от 23.06.97 г.

Министерство здравоохранения Российской Федерации
101431, Москва, Рахмановский пер., д. 3

Оригинал-макет подготовлен к печати и тиражирован Издательским отделом Федерального центра госсанэпиднадзора Минздрава России
125167, Москва, проезд Аэропорта, 11.
Отделение реализации, тел. 198-61-01

ISBN 5—7508—0208—6

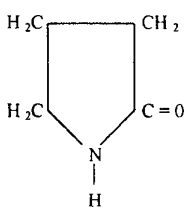
© Федеральный центр госсанэпидна дзора Минздрава России, 2000

УТВЕРЖДАЮ
Главный государственный санитарный врач Российской Федерации –
Первый заместитель Министра здравоохранения Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
14 октября 1999 г.
МУК 4.1.785—99
Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Газохроматографическое определение α-пирролидона в атмосферном воздухе

Настоящие методические указания устанавливают количественный газохроматографический анализ атмосферного воздуха для определения содержания в нем α-пирролидона в диапазоне 0,064—0,800 мг/м³.



М. м. – 85,05

α-пирролидон – бесцветная жидкость. $T_{кип}$ – 245 °С, плотность – 1,12. $T_{плавл}$ – 23,5 °С. Растворяется в воде и органических растворителях. α-пирролидон обладает общетоксическим действием. Относится к 4 классу опасности.

ПДК α-пирролидона для атмосферного воздуха – 0,08 мг/м³.

1. Нормы погрешности измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей ± 25 % при доверительной вероятности P = 0,95.

Издание официальное

Настоящие методические указания не могут быть полностью или частично воспроизведены, тиражированы и распространены без разрешения Департамента госсанэпиднадзора Минздрава России.

2. Метод измерения

Измерение концентраций α-пирролидона выполняется методом газожидкостной хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием. Концентрирование вещества из атмосферы осуществляется на фильтр АФА-ХП-2. Нижний предел измерения в объеме пробы – 0,064 мг/м³. Определению не мешают: N-винилпирролидон, γ-бутиролактон, бутиндиол, бутандион, формальдегид и ацетон. Длительность анализа – 40 мин.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы.

3.1. Средства измерений

Хроматограф газовый с пламенно-ионизационным детектором	
Весы лабораторные ВЛА-200	ГОСТ 7328—80
Меры массы Г-2—210, 2 кл	ГОСТ 7328—82 Е-Е
Линейка масштабная	ГОСТ 17435—72
Колбы мерные, вместимостью 25 см³	ГОСТ 1770—74
Пипетки, вместимостью 1, 5 см³	ГОСТ 20232—74
Колба стеклянная с пришлифованной пробкой, вместимостью 50 см³	ГОСТ 1770—74
Мерная пробирка (пальчик), вместимостью10 см³	ГОСТ 10515—75
Секундомер 2 кл	ГОСТ 5072—79
Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2	ГОСТ 215—73Е
Барометр анероид М-67	ТУ 2504—1797—75
Аспиратор «Красногвардеец» М 822	
Микрошприц МШ-10, вместимостью 10 мм³	ТУ 2.833.106

3.2. Вспомогательные устройства

Вакуумный насос	ТУ 26—06—459—69
Редуктор водородный	ТУ 26—05—463—76
Редуктор кислородный	ТУ 26—05—235—70
Хроматографическая колонка из нержавеющей стали длиной 3 м и внутренним диаметром 2 мм	
Дистиллятор	

3.3. Материалы

Азот сжатый	ГОСТ 9293—74
Воздух сжатый	ГОСТ 17433—80
Водород сжатый	ГОСТ 3022—89

Фильтр АФА-ХП-20
Стекловата

3.4. Реактивы

α-пирролидон	ТУ 64—9—08—87
Спирт этиловый, х. ч.	ГОСТ 18300—72
Сорбент «Хроматон-N-AW-DMPS» с неподвижной жидкой фазой «5 %-ный Carbowax-20M»	
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72

4. Требования к безопасности

4.1. При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работы с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 122.1.05—88.

4.2. При выполнении измерений с использованием газового хроматографа соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019—79 и инструкцией по эксплуатации прибора.

5. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений допускаются лица, с опытом работы на газовом хроматографе.

6. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

6.1. Процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят в нормальных условиях согласно ГОСТ 15130—69 при температуре воздуха 20 ± 5 °С, атмосферном давлении 630—800 мм рт. ст. и влажности не более 80 % при 25 °С.

6.2. Выполнение измерений на газовом хроматографе проводят в условиях, рекомендуемых технической документацией к прибору.

7. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: очистка этилового спирта, приготовление растворов, подготовка хроматографа, подготовка хроматографической колонки, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

7.1. Очистка этилового спирта

В 200 см³ х. ч. этилового спирта добавляют 20 г безводного свежепрокаленного $CuSO_4$ и оставляют на сутки. Затем его перегоняют с дефлегматором, отбирая фракцию с $T_{кип}$ = 79 °С.

7.2. Приготовление растворов

Приготовление исходного стандартного раствора α-пирролидона для градуировки: в мерную колбу, вместимостью 25 см³, вносят 10 см³

спирта и взвешивают, затем добавляют несколько капель α-пирролидона и вновь взвешивают. Раствор в колбе доводят спиртом до метки и вычисляют массу α-пирролидона в 1 см³ раствора. Рабочие растворы для градуировки готовят из исходного раствора (С = 4 мг/см³) соответствующим разбавлением. В ряд мерных колб, вместимостью 25 см³, последовательно вносят: 0,2; 0,25; 0,5; 1,0; 2,0; 2,5 см³ исходного раствора α-пирролидона, доводят до метки этиловым спиртом и перемешивают.

Срок хранения растворов – 1 сутки.

7.3. Подготовка хроматографа

Стальную хроматографическую колонку длиной 3 м перед заполнением промывают горячей водой, дистиллированной водой, спиртом и высушивают в токе газа-носителя. Заполнение колонки производят под вакуумом. Ее заполняют 5 %-ным Carbowax-20M на хроматоне N-AW-DMDS. Концы колонки закрывают стекловатой слоем 1 см, помещают в термостат хроматографа и, не подключая к детектору, кондиционируют в токе азота с расходом 20 см³/мин при температуре 180 °С в течение 12 час. После охлаждения колонку подключают к детектору и записывают нулевую линию в рабочем режиме. При отсутствии дрейфа нулевой линии колонка готова к работе.

7.4. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость высоты хроматографического пика от концентрации α-пирролидона, устанавливают по 6 сериям растворов для градуировки, каждая из которых состоит из 5 растворов. В мерные колбы, вместимостью 25 см³, вносят рабочие растворы для градуировки в соответствии с таблицей 1 и доводят объем до метки этиловым спиртом. Растворы перемешивают. Готовят в день проведения измерений.

Таблица 1

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентраций α-пирролидона

Номер раствора для градуировки	1	2	3	4	5	6
Объем рабочего стандартного раствора (С = 4 мг/см³), см³	0,20	0,25	0,50	1,0	2,0	2,5
Содержание α-пирролидона в 2-х мм³ раствора, мкг	0,064	0,080	0,160	0,320	0640	0,800

1 см³ каждого градуировочного раствора наносят на поглотительный фильтр АФА-ХП-20. Затем фильтр помещают в колбу, вместимостью 25 см³, и последовательно 3 раза обрабатывают по 5 см³ этилово-

го спирта. Спиртовой экстракт порциями по 5 см³ упаривают в мерной пробирке (V = 10 см³) в токе азота до объема 1 см³. Затем 2 мм³ экстракта вводят в испаритель хроматографа и проводят газохроматографический анализ в следующих условиях:

Температура термостата	170 °С;
Температура испарителя	180 °С;
Температура детектора (ДПИ)	250 °С;
Расход газа-носителя (азота)	30 см³/мин;
Расход водорода	30 см³/мин;
Расход воздуха	300 см³/мин;
Диапазон измерения входного тока	0—1,10 А;
Коэффициент деления выходного сигнала	32;
Скорость движения пера самописца	0,15 см/мин;
Время удерживания α-пирролидона на колонке с сорбентом «Хроматон-N-AW-PMDS» с неподвижной жидкой фазой «5 %-ный Carbowax-20»	4 мин 10 сек.

На полученных хроматограммах измеряют высоты пиков α-пирролидона и приводят их к одной шкале измерителя тока. Для установления градуировочной характеристики вычисляют средние значения результатов параллельных измерений для 5 серий градуировочных растворов. Градуировку проверяют один раз в неделю путем анализа одного из градуировочных растворов 1—6.

7.5. Отбор проб

Воздух со скоростью 20 дм³/мин протягивают через фильтр АФА-ХП-20 через аспиратор «Красногвардеец» модель 822. Для выполнения анализа необходимо отобрать 500 дм³ воздуха. Анализ проводят в день отбора пробы.

8. Выполнение измерений

Фильтр с отобранной пробой обрабатывают спиртом, а затем анализируют на газовом хроматографе, как указано в п. 7.4. настоящей методики. Концентрацию α-пирролидона в воздухе (мг/м³) определяют по градуировочной характеристике.

9. Вычисление результатов измерений

Концентрацию α-пирролидона в воздухе рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{m \cdot V_p}{V_a \cdot V_0}, \text{ где}$$

C – концентрация α-пирролидона в воздухе, мг/м³;

m – масса α-пирролидона, найденная по градуировочной характеристике в объеме раствора, взятого на анализ, мкг;

V_a – объем раствора, взятого на анализ, см³;

V_P – общий объем раствора пробы, см³;

V_0 – объем пробы воздуха, приведенный к нормальным условиям, дм³ (0 °С, 101080 Па).

$$V_0 = \frac{273 \cdot P \cdot V_t}{(273 + t) \cdot 101080}, \text{ где}$$

P – атмосферное давление при отборе пробы, Па;

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

V_t – объем воздуха в месте отбора пробы при температуре t, °С, дм³.

Результат анализа представляют в виде С ± 0,25 С.

10. Оперативный контроль точности

10.1. Контроль градуировочной характеристики

Контроль градуировочной характеристики производят по 5-ти сериям градуировочных растворов (п. 7.4.). Величина $\frac{H_{max} - H_{min}}{\overline{H}}$ не должна превышать погрешность построения градуировочного графика, т. е. должно обязательно выполняться условие

$$\frac{H_{max} - H_{min}}{\overline{H}} \cdot 100\ \% \le 12{,}1\ \%$$

10.2. Оперативный контроль точности

Алгоритм проведения ВОК точности проводится с использованием метода добавок.

Погрешность контрольных измерений признаются удовлетворительной, если:

$$K_{факт} = \left| \overline{X}_g - \overline{X} - \overline{C}_g \right| \le K_{норм}$$

Для внутреннего оперативного контроля

$$K_{норм} = \frac{0{,}84}{100} \cdot \sigma \sqrt{\overline{X}^2 + \overline{X}_g^2}, \text{ где}$$

$\overline{X}$ – проба с добавкой;

$\overline{X}$ – проба без добавки;

σ – величина добавки, т. к. величина погрешности во всем диапазоне измерений постоянна.

Контрольные измерения проводятся после выполнения анализа первой и четвертой пробы.

Контроль погрешности измерений проводят регулярно, через 20—25 измерений и обязательно после замены реактивов.

gost.e-ecolog.ru