4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Газохроматографическое определение N-винилпирролидона в атмосферном воздухе

Методические указания
МУК 4.1.786—99

Издание официальное

gost.e-ecolog.ru

МУК 4.1.786—99

ББК 51.21

Г12

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

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 Кожока Н. В.
Набор, верстка Юшкова Т. Г.
Технический редактор Климова Г. И.

Подписано в печать 23.05.00

Формат 60x90/16 Печ. л. 0,5
Заказ 79

Тираж 3000 экз.

ЛР № от 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 РФ
125167, Москва, проезд Аэропорта, 11.
Отдел реализации, тел. 198-61-01

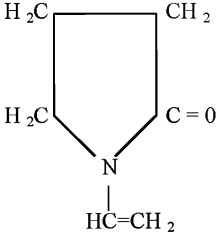
© Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2000

УТВЕРЖДАЮ
Первый заместитель Министра здравоохранения Российской Федерации – Главный государственный санитарный врач Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
14 октября 1999 г.
МУК 4.1.786—99
Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Газохроматографическое определение N-винилпирролидона в атмосферном воздухе

Настоящие методические указания устанавливают количественный газохроматографический анализ атмосферного воздуха для определения содержания в нем N-винилпирролидона в диапазоне 0,024—0,3 мг/м^3.



М. м. – 115,2

N-винилпирролидон – бесцветная жидкость. $T_{кип}$ – 212 °С, плотность – 1,04 г/см^3. Растворяется в воде и в органических растворителях. N-винилпирролидон обладает общетоксическим действием.

Относится к 3 классу опасности. ПДК N-винилпирролидона для атмосферного воздуха – 0,03 мг/м^3.

1. Нормы погрешности измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей ± 25 % при доверительной вероятности 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 N-винилпирролидона выполняется методом газожидкостной хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием. Концентрирование вещества из атмосферы осуществляется на фильтр АФА-ХП-20. Нижний предел измерения в объеме пробы – 0,024 мг/м^3. Определению не мешают: α-пирролидон, γ-бутиролактон, бутиндиол, бутандиол, формальдегид и ацетилен. 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 см^3	ГОСТ 1770—74
Пипетки, вместимостью 1 см^3, 5 см^3	ГОСТ 20232—74
Колба стеклянная с пришлифованной пробкой, вместимостью 50 см^3	ГОСТ 1770—74
Мерная пробирка (пальчик), вместимостью10 см^3	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 мм^3	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, изготовитель – ВО «Изотоп»	
Стекловата	

3.4. Реактивы

N-винилпирролидон	ТУ 6—09—2991—78
Спирт этиловый, х. ч.	ГОСТ 18300—72
Сорбент «Хроматон-N-AW-DMDS» с неподвижной жидкой фазой «5 %-ный Carbowax-20M»	
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72

4. Требования безопасности

4.1. При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работы с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.005—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 % .

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 $см^3$ 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 N-винилпирролидона для градуировки: в мерную колбу, вместимостью 25 $см^3$, вносят 10 $см^3$ спирта и взвешивают. Затем добавляют несколько капель N-винилпирролидона и вновь взвешивают. Раствор в колбе доводят спиртом до метки и вычисляют массу N-винилпирролидона в 1 $см^3$ раствора. Рабочие растворы для градуировки готовят из исходного раствора (С = 1,5 $мг/см^3$) соответствующим разбавлением. В ряд мерных колб, вместимостью 25 $см^3$, последовательно вносят: 0,2; 0,25; 0,5; 1,0; 2,0; 2,5 $см^3$ исходного раствора N-винилпирролидона, доводят растворы этиловым спиртом до метки 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 $см^3$/мин при температуре 180 °С в течение 12 ч. 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 содержания N-винилпирролидона, устанавливают по 6 сериям растворов для градуировки, каждая из которых состоит из 5 растворов. В мерные колбы, вместимостью 25 $см^3$, 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 N-винилпирролидона

Номер раствора для градуировки	1	2	3	4	5	6
Объем рабочего раствора (С = 3 мг/см^3), см^3	0,2	0,25	0,5	1,0	2,0	2,5
Содержание N-винилпирролидона в 2-х мм^3, (мкг)	0,024	0,03	0,06	0,12	0,24	0,3

1 см^3 каждого градуировочного раствора наносят на поглотительный фильтр АФА-ХП-20. Затем фильтр помещают в колбу, вместимостью 25 см^3, и последовательно обрабатывают 3 раза по 5 см^3 этиловым спиртом. Спиртовой экстракт порциями по 5 см^3 упаривают в мерном пальчике (V = 10 см^3) в токе азота до объема 1 см^3. Затем 2 мм^3 экстракта вводят в испаритель хроматографа и проводят газохроматографический анализ в следующих условиях:

Температура термостата колонок	142 °С;
Температура испарителя	180 °С;
Температура детектора (ДПИ)	250 °С;
Расход газа-носителя (азота)	30 см^3/мин;
Расход водорода	30 см^3/мин;
Расход воздуха	300 см^3/мин;
Диапазон измерения входного тока	0—1,1^{-12} А;
Коэффициент деления выходного сигнала	16;
Скорость движения пера в самописце	0,1 см/мин;
Время удерживания N-винилпирролидона на колонке с сорбентом «Хроматон-N-AW-DMDS» с неподвижной жидкой фазой «5 %-ный Carbowax-20M»	5 мин 12 сек.

На полученных хроматограммах измеряют высоты пиков N-винилпирролидона и приводят их к одной шкале измерителя тока. Для установления градуировочной характеристики вычисляют средние значения результатов параллельных измерений для 5-ти 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 дм^3/мин протягивают через фильтр АФА-ХП-20 через аспиратор «Красногвардеец» модель 822. Для выполнения анализа необходимо отобрать 500 дм^3 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 N-винилпирролидона в воздухе (мг/м^3) определяют по градуировочной характеристике.

9. Вычисление результатов измерений

Концентрацию N-винилпирролидона в воздухе рассчитывают по формуле:

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

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

V_a – объем раствора, взятого на анализ, см^3;

V_P – общий объем раствора пробы, см^3;

V_0 – объем пробы воздуха, приведенный к нормальным условиям, дм^3.

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

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, дм^3.

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 измерений градуировочных растворов (п. 7.4).

Погрешность контрольных измерений признают удовлетворительной, если:

$$\frac{H_{max} - H_{min}}{\overline{H}} \cdot 100\,\% \leq 14{,}3\,\%$$

10.2. Оперативный контроль точности

Алгоритм проведения ВОК точности проводится с использованием метода добавок.

Погрешность контрольных измерений признается удовлетворительной, если:

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

Для внутреннего оперативного контроля

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

$\overline{X}_g$ – проба с добавкой;

$\overline{X}$ –проба без добавки;

$\overline{C}_g$ – 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