

Газохроматографическое измерение концентраций карбамоил-3(5)-метилпиразола в воздухе рабочей зоны

Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

УТВЕРЖДЕНО

Председатель Госкомсанэпиднадзора России
Главный государственный санитарный врач
Российской Федерации

Е.Н. Беляев

8 июня 1996 г.

МУК 4.1.0.433-96

Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Газохроматографическое измерение концентраций карбамоил-3(5)-метилпиразола в воздухе рабочей зоны

М. м. 125,14

Карбамоил-3(5)-метилпиразол (КМП) - бесцветный мелкокристаллический порошок со слабым, неспецифическим запахом. Плотность - 1,330 г/см³. Т_{пл.} - 128,5 - 129,0 °С, летучесть 9,2 % при 50 °С. Растворимость в 100 г:

воды	50 °С - 1,52 г;
этанола	25 °С - 6,17 г;
диэтилового эфира	25 °С - 2,85 г;
ацетона	25 °С - 13,2 г.

В воздухе находится в виде аэрозоля.

Относится к умеренно токсичным веществам.

ПДК в воздухе - 1 мг/м³.

Характеристика метода

Метод основан на использовании газожидкостной хроматографии с применением пламенно-ионизационного детектора. Отбор проб проводится с концентрированием на фильтр.

Нижний предел измерения в хроматографируемом объеме - 0,03 мкг.

Нижний предел измерения в воздухе - 0,5 мг/м³ (при отборе 300 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций КМП в воздухе - от 0,5 до 7,5 мг/м³.

Измерению не мешают метоксибутенин, гидразин гидрат и формальдегид. Измерению мешает этанол.

Суммарная погрешность измерения не превышает ± 15 %.

Время выполнения измерения, включая отбор пробы, - около 30 мин.

Приборы, аппаратура, посуда

Газовый хроматограф

с пламенно-ионизационным детектором

Колонки хроматографические стальные,

длиной 1 м и диаметром 3 мм

Микрошприц МШ-10м

ТУ 2833-106

Чашки фарфоровые, диаметром 62 мм

ГОСТ 9147-74

Колбы мерные, вместимостью 25 мл

ГОСТ 1770-74

Пробирки с пришлифованными пробками,

вместимостью 10 мл

ГОСТ 10515-75

Баня водяная	
Термостат воздушный	
Лупа измерительная	ГОСТ 8309-75
Секундомер	ГОСТ 5072-79
Аспирационное устройство	
Фильтродержатель	
Линейка измерительная, металлическая	ГОСТ 475-75

Реактивы, растворы, материалы

Карбамоил-3(5)-метилпиразол	
Ацетон, ч. д. а.	ГОСТ 2603-79
Хлороформ, фармакопейная статья X, 1965 г.	
Метанол, ч.	ГОСТ 6995-77
Калий гидроксид, ос. ч., 18-3	ОСТ 6-01-301-74
Апиезон «Л»	
Целит-545, 60 - 80 меш.	
Газообразные (в баллонах с редуктором)	
азот	ГОСТ 9293-74
водород технический	ГОСТ 3022-80
воздух для питания пневматических приборов и средств автоматизации ГСП	ГОСТ 11882-73
<i>Стандартный раствор № 1 с концентрацией 0,3 мг/мл КМП</i> готовят в ацетоне путем растворения точной навески в мерной колбе, вместимостью 25 мл.	
Стандартный раствор устойчив в течение 10 дней.	
Фильтры обеззоленные «синяя лента», диаметром 5,5 см	ТУ 6-09-1678-77

Отбор пробы воздуха

Воздух с объемным расходом 20 л/мин аспирируют через фильтр «синяя лента», помещенный в фильтродержатель.

Для измерения 1/2 ОБУВ следует отобрать 300 л воздуха.

Подготовка к измерению

Калия гидроксид, взятую в количестве 20 % от веса носителя целит-545, растворяют в метаноле. Полученный раствор наносят на твердый носитель, помещенный в фарфоровую чашку. Растворитель испаряют посредством нагрева выпарительной чашки на водяной бане при постоянном перемешивании до сухого состояния носителя и помещают в воздушный термостат. После полной осушки носитель снова взвешивают. 5 % апиезона «Л» от веса (целит-545 - 20 % КОН) растворяют в хлороформе и полученным раствором заливают твердый носитель, выпаривают точно так, как сказано выше. Готовой насадкой наполняют чистую сухую колонку и кондиционируют в термостате хроматографа в течение 14 ч при скорости газа-носителя азота 60 мл/мин, постепенно повышая температуру термостата от 50 до 200 °С без подсоединения колонки к детектору.

Прибор готовят к работе согласно инструкции.

Градуированные растворы с содержанием КМП от 30 до 450 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № 1 ацетоном. Растворы устойчивы в течение 5 дней.

По 1 мкл каждого градуировочного раствора вводят в хроматограф через самоуплотняющуюся мембрану. Строят градуировочную кривую, выражающую зависимость площади пиков (мм^2) от содержания КМП (мкг). Площадь пика получают умножением высоты пика на его ширину, измеренную на половине высоты. Для построения градуировочной кривой необходимо провести 5 параллельных определений для каждого стандартного раствора.

Условия хроматографирования градуировочных растворов и анализируемых проб:

температура термостата колонки	140 °С;
температура испарителя	275 °С;
скорость потока газа-носителя (азота)	30 мл/мин;
скорость потока водорода	30 мл/мин;
скорость потока воздуха	300 мл/мин;
скорость движения диаграммной ленты	200 мм/ч;

абсолютное время удерживания КМП	2 мин 15 с;
масштаб чувствительности	$8 \cdot 10^{-11}$;
время выхода ацетона	1 мин 45 с.

Проведение измерения

Фильтр с отобранной пробой КМП переносят в пробирку, обрабатывают, периодически перемешивая 5 мл 10 мин. 1 мкл раствора вводят в хроматограф. Записывают хроматограмму, вычисляют площадь пика. По градуировочному графику находят количество КМП (мкг).

Расчет концентрации

Концентрацию КМП (C) в воздухе (мг/м^3) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \cdot v}{b \cdot V}, \text{ где}$$

a - количество КМП, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;

v - общий объем пробы, мл;

b - объем пробы, вводимый в хроматограф, мл;

V - объем воздуха, отобранного для анализа и приведенного к стандартным условиям, л (см. приложение 1).

Методические указания разработаны НИИ ГИТ МУР, г. Ереван.

Приложение 1

Приведение объема воздуха к стандартным условиям (температура 20 °С и давление 760 мм рт. ст.)

проводят по формуле

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

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, °С.

Для удобства расчета V_{20} следует пользоваться таблицей коэффициентов (приложение 2). Для приведения воздуха к стандартным условиям надо умножить V_t на соответствующий коэффициент.

Приложение 2

Коэффициенты для приведения объема воздуха к стандартным условиям

°С	Давление P, кПа/мм рт. ст.									
	97,33/730	97,86/734	98,4/738	98,93/742	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
-26	1,1393	1,1456	1,1519	1,1581	1,1644	1,1705	1,1768	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	1,1158	1,1218	1,1278	1,1338	1,1399	1,1460	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
+6	1,0087	1,0143	0,0198	1,0253	1,0309	1,0363	1,0419	1,0475	1,0502	1,0557
+10	0,9944	0,9999	0,0054	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	1,9989	1,0043	1,0069	1,0122
+20	0,9605	0,9658	0,9711	0,9783	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	1,9985
+24	0,9475	0,9527	0,9579	0,9631	0,9683	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	1,9917
+26	0,9412	0,9464	0,9516	0,9566	0,9618	0,9669	0,9721	0,9773	0,9799	1,9851
+28	0,9349	0,9401	0,9453	0,9503	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	1,9785
+30	0,9288	0,9339	0,9391	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	0,9199	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,9421	0,9471

Приложение 3

Рис. 1
Ловушка-концентратор.
Общий вид.

Рис. 2
Ловушка-концентратор.

Приложение 4

Вещества, определяемые по ранее утвержденным методическим указаниям

Название вещества	Методические указания
1. Аммоний винно-кислый кислый	Методические указания на фотометрическое определение аммиака: Сб. МУ в. 1 - 5. - М., 1981. - 58 с.
Аммоний винно-кислый	К = 9,82 Методические указания на фотометрическое определение аммиака: Сб. МУ в. 1 - 5. - М., 1981 - 58 с.
2. Калий винно-кислый	К = 5,41 Методические указания по измерению концентраций сульфата калия, калийной магнезии и хлорида калия в воздухе рабочей зоны: Сб. МУ, в. 22. - М., 1988 - 182 с.
Калий виннокислый кислый	
3. Калий сурьмоксид винно-кислый	К = 2,9 и 4,82 Методические указания по полярографическому измерению концентраций сурьмы в воздухе рабочей зоны: Сб. МУ, в. 8. - М., 1983. - 90 с.
4. Натрий винно-кислый кислый	К = 2,66 Методические указания по измерению концентраций натрия сульфата в воздухе рабочей зоны методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии: Сб. МУ, в. 21. - М., 1986 - 135с.
Натрий винно-кислый	К = 7,48 Методические указания по измерению концентраций натрия сульфата в воздухе рабочей зоны методом атомно-абсорбционной

спектрофотометрии: Сб. МУ, в. 21. - М., 1986 - 135 с.

Калий-натрий винно-кислый

K = 4,22

Методические указания по измерению концентраций натрия сульфата в воздухе рабочей зоны методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии: Сб. МУ, в. 21. - М., 1986. - 135 с.

5. Полиметилмочевина

K = 3,39

Методические указания по гравиметрическому определению пыли в воздухе рабочей зоны и в системах вентиляционных установок: Сб. МУ, в. 1 - 5. - М., 1981. - 235 с.

6. Трифторметансульфофторид (фторангидрид трифторметан сульфокислоты)

Методические указания на фотометрическое определение фторорганических соединений: Сб. МУ, в. 1 - 5. - М. 1981. - 187 с.

7. Хлоргидрат изонипекотиновой кислоты

K = 2

Методические указания на фотометрическое определение диэтиламина в воздухе: Сб. МУ, в. 1 - 5. - М., 1981. - 123 с. Отбор проб на фильтр со скоростью 2 л/мин.