

## Газохроматографическое измерение концентраций N-бромсукцинимид в воздухе рабочей зоны

### Государственная система санитарно-эпидемиологического нормирования Российской Федерации

#### 4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Газохроматографическое измерение концентраций N-бромсукцинимид в воздухе рабочей зоны

**МУК 4.1.0.352-96**

**Минздрав России**

**Москва - 1999**

1. Методические указания разработаны с целью обеспечения контроля соответствия фактических концентраций вредных веществ их предельно допустимым концентрациям (ПДК) и ориентировочно безопасным уровням воздействия (ОБУВ) - санитарно-гигиеническим нормативам и являются обязательными при осуществлении санитарного контроля.

2. Методические указания по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны (выпуск 32) утверждены и. о. Председателя Госкомсанэпиднадзора России - заместителем Главного государственного санитарного врача Российской Федерации 8 июня 1996 г.

3. Введены впервые.

4. Включенные в данный выпуск методики контроля разработаны и подготовлены в соответствии с требованиями ГОСТа 12.1.005-88 ССБТ «Воздух рабочей зоны. Общие санитарно-гигиенические требования», ГОСТа 12.1.016-79 ССБТ «Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерения концентраций вредных веществ», ГОСТа Р 1.5-92 п. 7.3, ГОСТа 8.101-90 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений». Методические указания одобрены комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию Госкомсанэпиднадзора России и Проблемной комиссией «Научные основы гигиены труда и профпатологии».

Методические указания по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны (выпуск 32) предназначены для центров Госсанэпиднадзора, санитарных лабораторий промышленных предприятий при осуществлении контроля за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны, а также заинтересованных министерств и ведомств.

Ответственный исполнитель: Г.А. Дьякова

Исполнители: Г.А. Дьякова, Л.Г. Макеева, Е.М. Малинина, С.М. Попова, Н.С. Горячев, М.И. Аржанова, Т.В. Рязанцева, Е.Н. Грицун.

УТВЕРЖДЕНО

И. о. Председателя Госкомсанэпиднадзора  
России - заместителем Главного  
государственного санитарного врача  
Российской Федерации

Г.Г. Онищенко

8 июня 1996 г.

МУК 4.1.0.352-96

Дата введения: с момента утверждения

#### 4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

### Газохроматографическое измерение концентраций N-бромсукцинимид в воздухе рабочей зоны

М. м. 177,99

N-бромсукцинимид - кристаллическое вещество белого или светложелтого цвета. Т<sub>пл.</sub> - 173 °С (с разл.). Растворяется в полярных органических растворителях, практически не растворяется в воде. Т<sub>самовоспл.</sub> (в форме тл.) - 575 °С.

В воздухе находится в виде аэрозоля.

Обладает общетоксическим действием.

ОБУВ в воздухе - 1,0 мг/м<sup>3</sup>.

#### Характеристика метода

Метод основан на использовании газожидкостной хроматографии с применением пламенно-ионизационного детектора.

Отбор проб производится с концентрированием на фильтр.

Нижний предел измерения содержания вещества в хроматографируемом объеме пробы - 0,25 мкг.

Нижний предел измерения в воздухе - 0,5 мг/м<sup>3</sup> (при отборе 250 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций в воздухе от 0,5 до 10 мг/м<sup>3</sup>.

Суммарная погрешность измерения не превышает  $\pm 8,9$  %.

Измерению не мешают органические растворители.

Время выполнения измерений, включая отбор проб - около 40 мин.

#### Приборы, аппаратура, посуда

Хроматограф газовый с

пламенно-ионизационным детектором

Колонка стеклянная хроматографическая

длиной 1 м, внутренним диаметром 3 мм

Нити и волокна стеклянные однонаправленные

(стекловата) ГОСТ 10727-73

Микрошприц МШ-10, вместимостью 10 мкл ГОСТ 8043-74

Секундомер

Линейка измерительная ГОСТ 425-75

Лупа с делениями ГОСТ 8309-75

Аспирационное устройство

Фильтродержатель

Колбы мерные, вместимостью 25 мл ГОСТ 1770-74

Пипетки, вместимостью от 1 до 10 мл ГОСТ 1770-74

Колба ККШ-100-29-32 ТС ГОСТ 25336-82

Роторный испаритель лабораторный

Бюксы, вместимостью 50 мл ГОСТ 25336-82

#### Реактивы, растворы, материалы

N-бромсукцинимид

Ацетон, ч. д. а. ГОСТ 2603-79

Диоксан, ч. ГОСТ 10455-80

Насадка колонки: 3 % гидроксида калия

и 5 % ПЭГ-20М на хроматоне N-AW,

фракция (0,125 - 0,16) мм

Фильтры бумажные «синяя лента»

*Стандартный раствор N-бромсукцинимид № 1 с концентрацией 5 мг/мл* готовят растворением 0,250 г N-бромсукцинимид в ацетоне в мерной колбе, вместимостью 50 мл. Стандартный раствор устойчив при хранении в холодильнике в течение 1 месяца.

Газообразные (в баллонах с редукторами):

азот ГОСТ 9293-74

воздух ГОСТ 11882-73

водород ГОСТ 3022-80

#### Отбор проб воздуха

Воздух с объемным расходом 20 л/мин аспирируют через бумажный фильтр, помещенный в фильтродержатель. Для измерения 0,5 ОБУВ следует отобрать 250 л воздуха. Срок хранения проб в бюксе с шлифованной крышкой не более 3-х дней.

#### Подготовка к измерению

В фарфоровой чашке взвешивают 5 г хроматографического носителя хроматон N-AW, фракция (0,125 - 0,16) мм. Отдельно взвешивают 0,15 г гидроксида калия, растворяют в 30 мл этанола, полученный раствор фильтруют и добавляют в фарфоровую чашку с носителем. Полученную суспензию на водяной бане упаривают до слегка влажного состояния при непрерывном перемешивании стеклянной палочкой с резиновым наконечником. Отдельно взвешивают 0,25 г ПЭГ-20М, растворяют в 30 мл хлороформа, добавляют полученный раствор в фарфоровую чашку с носителем и упаривают полученную суспензию на водяной бане до слегка влажного состояния при непрерывном перемешивании. Оставляют обработанный носитель на 12 ч для досушивания на воздухе.

Хроматографическую колонку промывают водой, ацетоном, гексаном, затем высушивают в токе сухого воздуха. Заполняют колонку насадкой под вакуумом, присоединяя выходной конец колонки к водоструйному насосу. Заполненную колонку закрывают с обеих сторон тампонами из стекловаты. Колонку помещают в термостат хроматографа и, не присоединяя к детектору, кондиционируют в режиме программирования температуры от 50 до 200 °С со скоростью 2 °С/мин и последующем кондиционировании при температуре 200 °С в течение 24 ч.

Градуировочные растворы с концентрацией N-бромсукцинимиды от 0,25 до 5 мг/мл готовят с соответствующим разбавлением стандартного раствора № 1 ацетоном.

Для построения градуировочного графика в хроматограф в трехкратной повторности вводят по 1 мкл из серии градуировочных растворов. Строят градуировочный график, выражающий зависимость площади пика (мм<sup>2</sup>) от количества N-бромсукцинимиды (мкг).

Условия хроматографирования градуировочных растворов и анализируемых проб:

Температура термостата колонки	150 °С
Температура испарителя	220 °С
Скорость потока газа-носителя (азота)	30 мл/мин
Скорость потока водорода	30 мл/мин
Скорость потока воздуха	300 мл/мин
Чувствительность электрометра	20×10 <sup>-10</sup> - 200 ×10 <sup>-10</sup> А
Скорость диаграммной ленты	200 мм/ч
Время удерживания N-бромсукцинимиды	4 мин

#### Проведение измерения

Фильтр с отобранной пробой, помещенный в бюкс, вместимостью 50 мл заливают 15 мл ацетона, помещают на водяную баню и кипятят в течение 2 - 3 мин. Полученный раствор переносят в круглодонную колбу вместимостью 100 мл. Повторяют операцию еще два раза. Затем на роторном испарителе отгоняют из круглодонной колбы ацетон досуха при подогревании на водяной бане. Добавляют пипеткой точно 0,5 мл диоксана, полученным раствором тщательно обмывают стенки колбы.

С помощью микрошприца в хроматограф вводят 1 мкл полученного раствора. На полученной хроматограмме измеряют площадь пиков N-бромсукцинимиды и по градуировочному графику определяют количество N-бромсукцинимиды в хроматографируемой пробе.

#### Расчет концентрации

Концентрацию N-бромсукцинимиды (С) в воздухе (мг/м<sup>3</sup>) вычисляют по формуле:

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

a - количество N-бромсукцинимиды, найденное по градуировочному графику в хроматографируемом объеме, мкг;

e - общий объем анализируемого раствора, мл;

b - объем раствора пробы, взятой для анализа, мл;

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

Методические указания разработаны ВНИИГИНТОКС, г. Киев, Украина.

Приложение 1

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

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

V<sub>t</sub> - 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<sub>20</sub> следует пользоваться таблицей коэффициентов (приложение 2). Для приведения воздуха к стандартным условиям надо умножить V<sub>t</sub> 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	1,2038	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	1,0198	1,0253	1,0309	1,0363	1,0419	1,0475	1,0502	1,0557
+10	0,9944	0,9999	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	0,9783	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	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	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785
+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

**Вещества, определяемые по ранее утвержденным методическим указаниям по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны**

Определяемое вещество	Ссылка на источник
Аммония полифосфат	Методические указания на фотометрическое определение аммиака в воздухе, в. 1 - 5. - М., 1981. - С. 58
Алюминия сульфат	Методические указания на фотометрическое определение алюминия, окиси алюминия и алюмоникелевого катализатора в воздухе, в. 1 - 5. - М., 1981. - С. 3
2,5-бифенилилендиацетат	Методические указания на гравиметрическое определение пыли в воздухе рабочей зоны и в системах вентиляционных установок, в. 1 - 5. - М., 1981. - С. 235
Виндидат	Методические указания по измерению концентраций сульфата калия, калийной магнезии и хлорида калия в воздухе рабочей зоны методом пламенной фотометрии, в. 22. - М., 1988. - С. 182
Диэтилентриамин	Методические указания по фотометрическому измерению концентраций третичных жирных аминов и аминоспиртов в воздухе рабочей зоны, в. 19. - М., 1984. - С. 137
Дубитель хромовый	Методические указания на фотометрическое определение окиси хрома в воздухе рабочей зоны, в. 14. - М., 1979. - С. 108
Дуниты	Методические указания на гравиметрическое определение пыли в воздухе рабочей зоны и в системах вентиляционных установок, в. 1 - 5. - М., 1981. - С. 235
Кобазол	Методические указания по фотометрическому определению кобальта, в. 1 - 5. - М., 1981. - С. 14
Кремния карбид	Методические указания на гравиметрическое определение пыли в воздухе рабочей зоны и в системах вентиляционных установок, в. 1 - 5. - М., 1981. - С. 235
Полибутилентерефталат	Методические указания на гравиметрическое определение пыли в воздухе рабочей зоны и в системах вентиляционных установок, в. 1 - 5. - М., 1981. - С. 235
Полимер кубовых остатков ректификации стирола (термополимер «КОРС»)	Методические указания на гравиметрическое определение пыли в воздухе рабочей зоны и в системах вентиляционных установок, в. 1 - 5. - М., 1981. - С. 235
В-фенилэтиламиндихлоруксусная кислота (контроль по бензолу)	Методические указания по газохроматографическому измерению ацетона, дихлорметана, дихлорэтана, трихлорэтилена, бензола в воздухе рабочей зоны, в. 9. - М., 1986. - С. 23
Фториды редкоземельных металлов	Методические указания по ионометрическому измерению концентраций солей фтористоводородной кислоты, в. 21. - М., 1986. - С. 269
Хлопковая мука	Методические указания по фотометрическому определению БВК в воздухе рабочей зоны, в. 18. - М., 1983. - С. 139
Целлюлоза микрокристаллическая	Методические указания на гравиметрическое определение пыли в воздухе рабочей зоны и в системах вентиляционных установок, в. 1 - 5. - М., 1981. - С. 235

Приложение 4

**Рис. 1**

Ловушка-концентратор. Общий вид

**Рис. 2**

Ловушка-концентратор