

Газохроматографическое измерение концентраций 5-бром-5-нитро-1,3-диоксана (бронидокса) 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 4.1.0.412-96

Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Газохроматографическое измерение концентраций 5-бром-5-нитро-1,3-диоксана (бронидокса) в воздухе рабочей зоны

М. м. 212

5-бром-5-нитро-1,3-диоксан (бронидокс) - кристаллический порошок белого цвета. Т_{пл.} - 61 - 62 °С, хорошо растворим в ацетоне, хлороформе, четыреххлористом углероде, растворяется в спирте, бензоле и других органических растворителях. В щелочной среде разлагается.

В воздухе находится в виде аэрозоля.

Бронидокс относится к III классу умеренно опасных веществ. Не кумулирует, не обладает кожно-резорбтивным и сенсibiliзирующим действием. Обладает раздражающим действием на слизистые оболочки глаз и кожные покровы, оказывает гепатотропный эффект.

ПДК в воздухе - 3 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 - 0,025 мкг.

Нижний предел измерения в воздухе - 1,5 мг/м³ (при отборе 50 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций в воздухе - от 1,5 до 30 мг/м³.

Измерению не мешают параформ, бронитрол, изопропиловый спирт.

Суммарная погрешность измерения не превышает ± 25 %.

Время выполнения измерения, включая отбор проб, - около 45 мин.

Приборы, аппаратура, посуда

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором

Хроматографическая колонка из нержавеющей стали,

длиной 1 м и диаметром 3 мм

Аспирационное устройство

Микрошприц МШ-10

ГОСТ 8043-75

Фильтродержатели

ТУ 95.7205-77

Колбы мерные, вместимостью 25 и 100 мл

ГОСТ 1770-74

Пипетки, вместимостью 1, 2, 5 мл

ГОСТ 20292-74

Бюксы, вместимостью 10 мл

ГОСТ 7148-70

Лупа измерительная

ГОСТ 8304-75

Секундомер

ГОСТ 5072-79

Линейка измерительная

ГОСТ 427-75

Реактивы, растворы, материалы

5-бром-5-нитро-1,3-диоксан с содержанием

основного вещества 98 %

Ацетон, х. ч.

ГОСТ 2603-71

Хроматон N-AW (0,16-0,20 мм) с 5 % SE-30

Фильтры бумажные, мелкопористые, обеззоленные,

«синяя лента», диаметром 7 см

ТУ 6-09-1678-72

Азот

ГОСТ 9293-74

Водород

ГОСТ 3022-80

Воздух в баллонах в редукторах

ГОСТ 11882-73

Стандартный раствор бромидокса с концентрацией 1 мг/мл готовят растворением точной навески (100 мг) в ацетоне в мерной колбе, вместимостью 100 мл. Раствор устойчив в течение суток в холодильнике при температуре 4 °С.

Отбор пробы воздуха

Воздух с объемным расходом 10 л/мин аспирируют через бумажный фильтр, укрепленный в фильтродержателе. Для измерения 1/2 ПДК следует отобрать 50 л воздуха. Срок хранения отобранных проб - 3 суток в бюксах при комнатной температуре.

Подготовка к измерению

Хроматографическую колонку заполняют готовой насадкой 5 %-ным SE-30 на хроматоне N-AW и кондиционируют в токе газа-носителя (скорость газа-носителя – 30 - 40 мл/мин) при отключенном детекторе, постепенно поднимая температуру от 50 до 180 °С со скоростью 10 °С/ч. Колонку выдерживают при конечной температуре в течение 20 ч. Общую подготовку прибора проводят согласно инструкции.

Градуировочные растворы с содержанием бромидокса от 0,025 до 0,5 мг/мл готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора ацетоном. Градуировочные растворы устойчивы в течение 5 ч.

1 мкл градуировочного раствора вводят в испаритель хроматографа через самоуплотняющуюся мембрану. На основе полученных хроматограмм строят градуировочный график зависимости площади пика (мм²) от его количества (мкг). Построение градуировочного графика проводят по 6 точкам, проводя 5 параллельных определений для каждой концентрации.

Условия хроматографирования градуировочных растворов и анализируемых проб:

температура колонки	100 °С;
температура испарителя	300 °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;
объем вводимой пробы	1 мкл;
время удерживания бромидокса	3 мин 45 с.

Проведение измерения

Фильтр с отобранной пробой помещают в бюкс, заливают 3 мл ацетона и выдерживают при комнатной температуре 10 мин, периодически встряхивая. Степень десорбции бромидокса составляет 98 %. Затем 1 мкл раствора микрошприцем вводят в испаритель хроматографа, отжимают и удаляют.

На записанной хроматограмме измеряют площадь пика и по градуировочному графику находят количество бромидокса.

Расчет концентрации

Концентрацию бромидокса (С) в воздухе (мг/м³) вычисляют по формуле:

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

а - количество бромидокса, найденное в анализируемом объеме пробы раствора по градуировочному графику, мкг;

в - общий объем пробы, мл;

б - объем пробы, взятой для анализа, мл;

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

Методические указания разработаны НИИСДВ.

Приложение 1

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

проводят по формуле

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

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

Давление P, кПа/мм рт. ст.										
°С	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	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

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	К = 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	К = 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 изоникотиновой кислоты	К = 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.