

## Измерение концентраций поливинилпирролидона методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в воздухе рабочей зоны

### Государственная система санитарно-эпидемиологического нормирования Российской Федерации

#### 4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

##### Измерение концентраций поливинилпирролидона методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в воздухе рабочей зоны

МУК 4.1.0.392-96

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 4.1.0.392-96

Дата введения: с момента утверждения

#### 4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

##### Измерение концентраций поливинилпирролидона методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в воздухе рабочей зоны

М. м. 12600 ± 2600

Поливинилпирролидон - кристаллическое вещество белого цвета, без запаха. Хорошо растворим в воде, метиловом и этиловом спиртах, ацетонитриле. Трудно растворим в эфире. Не плавится.

В воздухе находится в виде аэрозоля.

Обладает слабым общетоксическим действием.

ПДК в воздухе - 10 мг/м<sup>3</sup>.

#### Характеристика метода

Метод основан на использовании высокоэффективной жидкостной хроматографии с применением УФ-детектора.

Отбор проб производится с концентрированием на фильтр.

Нижний предел измерения поливинилпирролидона в хроматографируемом объеме пробы (40 мкл) - 20 мкг.

Нижний предел измерения поливинилпирролидона в воздухе - 5 мг/м<sup>3</sup> (при отборе 100 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций поливинилпирролидона в воздухе от 5 до 100 мг/м<sup>3</sup>.

Определению не мешает присутствие красителя кислотного красного тартразина.

Суммарная погрешность измерения не превышает ±20 %.

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

#### Приборы, аппаратура, посуда

Микроколоночный жидкостной хроматограф

«Милихром» или другие модели с УФ-детектором

Хроматографическая колонка длиной 80 мм,

внутренним диаметром 2 мм, заполненная

сорбентом «Силасорб SPH C<sub>18</sub>» с размером зерен

6,0 мкм (ЧСФР)

Роторный испаритель ТУ 25-11-97-74

Колбы грушевидные для вакуумной перегонки,

емкостью 25-30 мл ГОСТ 9737-70

Электроаспиратор ЭА-1 ОСТ 95.10052-84

Фильтродержатель

Колбы мерные, емкостью 100 мл ГОСТ 1770-74

Пипетки, емкостью 1, 10 мл ГОСТ 20292-74

Пробирки с шлифованными пробками,

емкостью 10 мл ГОСТ 10515-75

#### Реактивы, растворы, материалы

Поливинилпирролидон

Ацетонитрил, ч. ТУ 6-09-3534-82

*Ацетонитрил очищенный* получают из ацетонитрила путем ректификации с предварительной химической обработкой, которая заключается в кипячении растворителя с обратным холодильником в присутствии перманганата калия из расчета 1 г перманганата калия на 1 л растворителя. Кипячение проводится до полного перехода перманганата калия в двуокись марганца. Перед ректификацией осадок двуокиси марганца отделяют путем фильтрации через фильтр Шотта № 4.

Ректификационная колонка длиной 550 мм и

внутренним диаметром 20 мм, флегмовое число 5.

Насадка - спиральки Левина из нержавеющей стали

(2 ´ 2 ´ 0,2 мм)

Основную фракцию отбирают при температуре 81,6 °С (атмосферное давление) в пределах колебаний ±0,1 °С.

Элюент: ацетонитрил

*Основной стандартный раствор с концентрацией поливинилпирролидона 500 мкг/мл* готовят растворением 0,05 г вещества в элюенте в мерной колбе, емкостью 100 мл.

Раствор устойчив при хранении в холодильнике в течение суток.

Фильтры АФА-ВГ-10 ТУ 85-743-80

#### Отбор проб воздуха

Воздух с объемным расходом 10 л/мин аспирируют через фильтр АФА-ВГ-10. Для определения 0,5 ПДК достаточно отобрать 100 л воздуха.

Пробы можно хранить в закрытых сосудах в холодильнике в течение месяца.

#### Подготовка к измерению

Хроматографическая колонка промышленного изготовления. Инжектируют в хроматограф от 20 до 400 мкг поливинилпирролидона из основного стандартного раствора.

Условия хроматографирования градуировочных смесей и анализируемых проб:

Температура термостата колонки	+20 °С
Скорость подачи элюента (ацетонитрил)	600 мкл/мин
Длина волны УФ-детектора	190 нм
Скорость движения диаграммной ленты	5 мм/мин
Чувствительность детектора	0,8
Диапазон измерения самописца	100 мВ
Максимальный объем вводимой пробы	40 мкл
Время удерживания поливинилпирролидона	1 мин 30 с
Элюирующий объем	830 - 920 мкл
Эффективность колонки по поливинилпирролиду	130 тт

На полученной хроматограмме измеряют площади пиков и строят градуировочную кривую, выражающую зависимость площади пиков (м<sup>2</sup>) от содержания поливинилпирролидона в хроматографируемом объеме пробы (мкг).

Построение градуировочного графика необходимо проводить не менее чем по 6 точкам, выполняя по 5 параллельных измерений для каждого инжестируемого объема. Проверку градуировочного графика следует проводить при изменении условий анализа, но не реже 1 раза в месяц.

#### Проведение измерения

Фильтр с отобранной пробой помещают в пробирку с шлифованной пробкой, добавляют 10 мл воды и оставляют на 15 минут при комнатной температуре и периодическом перемешивании. Степень десорбции с фильтра - 98,5 %. Полученный раствор переносят количественно в грушевидную колбу для перегонки под вакуумом и упаривают на роторном испарителе под вакуумом при температуре 35 - 40 °С до постоянного веса. Сухой остаток растворяют в 1 мл элюента.

Хроматографирование анализируемого раствора проводят в тех же условиях по отношению к тому же элюенту, что и при построении градуировочного графика.

Количественное определение содержания поливинилпирролидона в хроматографируемом объеме проводят по предварительно построенному градуировочному графику.

#### Расчет концентрации

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

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

a - содержание поливинилпирролидона в хроматографируемом объеме пробы, найденное по градуировочному графику, мкг;

b - объем пробы, взятой на хроматографирование, мл;

e - общий объем анализируемого раствора, мл;

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

Методические указания разработаны НИО «Экотокс», г. Москва.

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-фенилэтиламидхлоруксусная 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