

Газохроматографическое измерение концентраций 2-циклогексил-карбонил-4-оксо-1,2,3,6,7,11-[бета]-гексагидро-4-Н-пиразина (2,1-[альфа]-изохинолина) (азинокса) в воздухе рабочей зоны

Государственная система санитарно-эпидемиологического нормирования Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Газохроматографическое измерение концентраций 2-циклогексил-карбонил-4-оксо-1,2,3,6,7,11- б-гексагидро-4-Н-пиразина (2,1-а-изохинолина) (азинокса) в воздухе рабочей зоны

МУК 4.1.0.404-96

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 4.1.0.404-96

Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Газохроматографическое измерение концентраций 2-циклогексил-карбонил-4-оксо-1,2,3,6,7,11- б-гексагидро-4-Н-пиразина (2,1-а-изохинолина) (азинокса) в воздухе рабочей зоны

М. м. 312,4

Азинокс - белый кристаллический порошок. Т_{пл.} - 136 - 140 °С. Хорошо растворим в хлороформе, этилацетате, хлористом метиле, этаноле; не растворяется в воде.

В воздухе находится в виде аэрозоля.

Обладает общетоксическим действием.

ОБУВ в воздухе - 2,0 мг/м³.

Характеристика метода

Метод основан на использовании газофазной хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием.

Отбор проб производится с концентрированием на фильтр.

Нижний предел обнаружения в анализируемом объеме пробы - 1,0 мкг.

Нижний предел измерения в воздухе рабочей зоны - 1,0 мг/м³ (при отборе 200 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций от 1,0 до 10 мг/м³.

Измерению не мешают: 1-фталоиламинометил-3,4-дигидрохиолин и 1-аминометил-1,2,3,4-тетрагидроизохиолина дихлоргидрат.

Суммарная погрешность измерения не превышает ±18 %.

Время выполнения измерения, включая отбор проб - 50 мин.

Приборы, аппаратура, посуда

Газовый хроматограф с пламенно-ионизационным

детектором

Колонка из нержавеющей стали длиной 1 м,

диаметром 3 мм

ГОСТ 16285-80

Аспирационное устройство ЭА-2

ОСТ 95-10052-84

Фильтродержатель

Весы лабораторные аналитические

ГОСТ 2401-80

Лупа измерительная с 10-кратным увеличением

ГОСТ 9309-75

Линейка масштабная

ГОСТ 222-19-76

Микрошприц МШ-10

Колбы мерные, вместимостью 25 и 100 мл

ГОСТ 1770-74

Стаканы лабораторные стеклянные

ГОСТ 10394-73

Пипетки, вместимостью 1, 10 мл

ГОСТ 20292-74

Колбы грушевидные, вместимостью 25 и 50 мл

ГОСТ 1770-74

Водяная баня

Реактивы, растворы, материалы

Азинокс фармакопейный

Твердый сорбент хроматон N-AW-DMCS

(фракция 0,1 - 0,125 мм)

Жидкая фаза - OV-17

Спирт этиловый

ГОСТ 18300-87

Газообразные (в баллонах с редуктором):

гелий

ГОСТ 9293-74

водород технический

ГОСТ 8022-80

воздух для питания аналитических приборов и

средств автоматизации

ГОСТ 11882-74

Исходный стандартный раствор азинокса с концентрацией 10 мг/мл готовят растворением 1,0 г вещества в этаноле в мерной колбе, вместимостью 100 мл. Раствор устойчив в течение 2-х недель при хранении в холодильнике.

Градуированные растворы с концентрациями азинокса 1 - 2 - 4 - 5 - 8 - 10 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением исходного стандартного раствора этанолом в мерной колбе, вместимостью 25 мл. Растворы устойчивы в течение 2-х недель при хранении в холодильнике.

Фильтры АФА-ВП-10

ТУ 95-743-80

Отбор проб воздуха

Воздух с объемным расходом 20 л/мин аспирируют через фильтр, помещенный в фильтродержатель. Для определения 1/2 ОБУВ следует отобрать 200 л воздуха. Срок хранения проб - месяц в холодильнике.

Подготовка к измерению

Хроматон N-AW-DMCS (10 г) заливают в круглодонной колбе раствором OV-17 (0,3 г в 100 мл хлороформа). Растворитель отгоняют под вакуумом на водяной бане с использованием роторного испарителя. Насадку досушивают в сушильном шкафу при 100 °С. Сухой насадкой под вакуумом или под давлением набивают чистую хроматографическую колонку. Готовую колонку кондиционируют в течение

10 - 12 ч при 250 °С в потоке газа-носителя, не подсоединяя ее к детектору.

Количественную обработку хроматограмм проводят по методу абсолютной калибровки. Для построения градуировочного графика в хроматограф вводят в указанных ниже условиях градуировочные растворы, содержащие 1 - 2 - 4 - 5 - 8 - 10 мг/мл азинокса. Измеряют площади хроматографических пиков и строят градуировочную кривую, выражающую зависимость площади пиков (мм²) от содержания вещества (мкг) в анализируемом объеме пробы. Построение градуировочного графика проводят, выполняя не менее 5-ти параллельных измерений для каждой концентрации. Проверку градуировочного графика проводят не реже 1 раза в месяц.

Условия хроматографирования градуировочных смесей и анализируемых проб:

Температура термостата колонки	250 °С
Температура детектора	270 °С
Температура термостата испарителя	320 °С
Скорость потока гелия через колонку	120 мл/мин
Скорость потока водорода	30 мл/мин
Скорость потока воздуха	300 мл/мин
Чувствительность прибора 1	10 ⁻¹⁰ · 10
Скорость движения диаграммной ленты	360 мм/ч
Объем вводимой пробы	1 мкл
Абсолютное время удерживания азинокса	9 мин

Проведение измерения

Фильтр с отобранной пробой помещают в химический стакан, прибавляют 5 мл этанола, оставляют на 10 мин, периодически помешивая стеклянной палочкой для лучшего растворения вещества. Степень десорбции с фильтра - 98 %.

Полученный раствор сливают в грушевидную колбу, промывают фильтр и стакан 2-3 мл этанола. Растворы объединяют в грушевидной колбе и упаривают досуха под вакуумом при температуре 60 - 70 °С. Сухой остаток растворяют в 0,2 мл этанола. Хроматографирование анализируемого раствора проводят в тех же условиях, что и при построении градуировочного графика.

Количественное определение содержания азинокса в пробе проводят по предварительно построенному градуировочному графику.

Расчет концентрации

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

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

а - количество вещества, найденное по калибровочному графику, мкг;

б - объем пробы, взятой для анализа, мл;

е - общий объем раствора, мл;

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

Методические указания разработаны ВНЦ БАВ, 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_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 V₂₀ 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	1,2038	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