

Измерение концентраций N, N-динитрозопентаметилентетрамина методом высокоэффективной жидкостной хроматографии 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 4.1.0.424-96

Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций N, N-динитрозопентаметилентетрамина методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в воздухе рабочей зоны

М. м. 186,18

N,N-динитрозопентаметилентетрамин - (1, 5-динитрозо-3, 7-эндометилен-1, 3, 5, 7-тетразоциклооктан) - кристаллическое вещество светло-желтого цвета. Не растворим в воде, гексане. Плохо растворим в метиловом, этиловом и изопропиловом спиртах. Растворим в ацетонитриле. Т_{пл.} - 204 - 205 °С.

В воздухе находится в виде аэрозоля.

Обладает общетоксическим действием.

ПДК в воздухе - 2 мг/м³.

Характеристика метода

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

Отбор проб проводят с концентрированием на фильтр.

Нижний предел измерения N,N-динитрозопентаметилентетрамина в хроматографируемом объеме (10 мкл) - 0,025 мкг.

Нижний предел измерения концентраций N,N-динитрозопентаметилентетрамина в воздухе - 1 мг/м при отборе 12,5 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций в воздухе N,N-динитрозопентаметилентетрамина от 1 до 20 мг/м³. Определению не мешает присутствие формальдегида.

Суммарная погрешность измерения не превышает ± 25 %.

Время выполнения измерения, включая отбор проб, - около 60 мин.

Приборы, аппаратура, посуда

Микроколоночный жидкостной

хроматограф «Милихром» или

другие модели с УФ-детектором

Хроматографическая колонка, длиной

120 мм с внутренним диаметром 2 мм,

заполненная сорбентом «Сепарон

SGX-super C18» с размером зерен 6 мкм (ЧСФР)

Весы аналитические типа ВЛР-200

или другие того же класса

ГОСТ 19491-74

Электроаспиратор ЭА-1

ОСТ 95.10052-84

Фильтродержатель

ТУ 95-72-05-77

Колбы мерные, вместимостью 100 мл

ОСТ 1770-74

Пипетки, вместимостью 1, 10 мл ГОСТ 20292-74

Градуированные пробирки с пришлифованными пробками, вместимостью 10 мл ГОСТ 10515-75

Реактивы, растворы, материалы

N,N-динитрозопентаметилентетрамин,
99 % чистоты, согласно ТУ

Метанол (спирт метиловый очищенный) ГОСТ 6995-777

Метанол очищенный получают из метанола, ТУ 2222-78Е

путем ректификации. Ректификационная колонна 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 65,5 °С

(атмосферное давление) в пределах колебаний ± 0,1 °С

Элюент: вода-метанол, 20:1

Стандартный раствор № 1 с концентрацией N,N-динитрозопентаметилентетрамина 500 мкг/мл готовят растворением 0,05 г вещества в элюенте в мерной колбе вместимостью 100 мл.

Стандартный раствор № 2 с концентрацией N,N-динитрозопентаметилентетрамина 50 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № 1.

Растворы устойчивы при хранении в холодильнике в течение 10 ч.

Фильтры АФА-ВП-10 ТУ 85-743-80

Отбор пробы воздуха

Воздух с объемным расходом 5 л/мин аспирируют через фильтр АФА-ВП-10. Для определения 1/2 ПДК достаточно отобрать 12,5 л воздуха. Пробы можно хранить в закрытых сосудах в холодильнике в течение месяца.

Подготовка к измерению

Для работы используется хроматографическая колонка промышленного изготовления.

Инжектируют в хроматограф от 0,025 до 0,5 мкг N,N-динитрозопентаметилентетрамина из стандартного раствора № 2.

Условия хроматографирования градуировочных смесей и анализируемых проб:

скорость подачи элюента (элюент:

вода-метанол, 20:1) 100 мкл/мин;

длина волны УФ-детектора 230 нм;

скорость движения диаграммной ленты 1,5 мм/мин;

диапазон измерения детектора 0,2 - 0,4;

диапазон измерения самопишущего

потенциометра 100 мВ;

максимальный объем вводимой пробы 10 мкл;

время удерживания N,N-динитрозопентаметилентетрамина 9 мин;

элюирующий объем 900 мкл;

эффективность колонки по

N,N-динитрозопентаметилентетрамину 300 тт.

На полученной хроматограмме измеряют площади пиков, относящихся к N,N-динитрозопентаметилентетрамину, и строят градуировочный график, выражающий зависимость площади пиков (мм²) от содержания N,N-динитрозопентаметилентетрамина в хроматографируемом объеме пробы (мкг).

Построение градуировочных графиков необходимо проводить не менее чем по 6 точкам, выполняя по 5 параллельных измерений для каждого инжектируемого объема. Проверку градуировочных графиков 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 5 мл элюента и оставляют на 15 мин при комнатной температуре и периодическом перемешивании. Степень десорбции с фильтра - 97 %.

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

Количественное определение содержания N,N-динитрозопентаметилентетрамина в хроматографируемом объеме проводят по предварительно построенному градуировочному графику.

Расчет концентрации

Концентрацию (С) N,N-динитрозопентаметилентетрамина в воздухе (мг/м³) вычисляют по формуле:

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

a - содержание N,N-динитрозопентаметилентетрамина 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 НИИ «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_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	1,2058	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.