

## Измерение концентраций п-аминобензойной кислоты методом ВЭЖХ в воздухе рабочей зоны

Государственное санитарно-эпидемиологическое  
нормирование Российской Федерации

### 4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

УТВЕРЖДЕНО

Председатель Госкомсанэпиднадзора России  
Главный государственный санитарный врач  
Российской Федерации

Е.Н. Беляев

8 июня 1996 г.

МУК 4.1.0.406-96

Дата введения: с момента утверждения

### 4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

## Измерение концентраций п-аминобензойной кислоты методом ВЭЖХ в воздухе рабочей зоны

М. м. 137

п-Аминобензойная кислота - кристаллическое вещество. Т<sub>пл.</sub> - 186 - 188 °С. Хорошо растворяется в воде, ацетоне, этаноле, плохо в бензоле, гексане. Относится к умеренно токсичным соединениям.

В воздухе присутствует в виде аэрозолей.

ПДК в воздухе - 5 мг/м<sup>3</sup>.

#### Характеристика метода

Метод основан на использовании высокоэффективной жидкостной хроматографии с УФ-детектором. Отбор проб с концентрированием на фильтр.

Нижний предел измерения концентрации - 5 мкг/мл.

Нижний предел измерения концентраций в воздухе - 2,5 мг/м<sup>3</sup> (при отборе 10 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций - от 2,5 до 25 мг/м<sup>3</sup>.

Измерению не мешают: п-нитробензойная кислота, п-ацетотолуидин, п-ацетиламинобензойная кислота, эфиры п-аминобензойной кислоты.

Суммарная погрешность не превышает ± 16,2 %. Время выполнения измерения, включая отбор проб, - 40 мин.

#### Приборы, аппаратура, посуда

Жидкостной хроматограф

с УФ-детектором

Колонка из нержавеющей стали,

длиной 25 см, диаметром 4,6 мм

Аспирационное устройство

Фильтродержатели

ТУ 95.72.05-77

Фильтры АФА-ВГ-20

Колбы мерные, вместимостью 25,

50 и 1000 мл

ГОСТ 1770-74

Гипетки, вместимостью 25, 50 и 100 мл

ГОСТ 20292-74

Микрошприц, вместимостью 10 мкл

Стаканы химические

ГОСТ 25336-72

Бюксы, вместимостью 10 и 20 мл

ГОСТ 1770-74

#### Реактивы, растворы, материалы

п-Аминобензойная кислота

ТУ 6-14-655-80

Этиловый спирт, х. ч.

ГОСТ 5963-67

Ацетонитрил

ТУ 6-09-14-2167-84

Насадка для хроматографической

колонки силасорб С8, 15 мкм

Стандартный раствор п-аминобензойной кислоты с содержанием 1 мг/мл в воде готовят растворением 100 мг в мерной колбе, вместимостью 100 мл. Время хранения - 3 дня в холодильнике.

#### Отбор пробы воздуха

Воздух с объемным расходом 5 л/мин аспирируют через фильтр, закрепленный в фильтродержателе. Для определения 1/2 ПДК необходимо отобрать 10 л воздуха. Отобранные пробы сохраняются 5 дней в бюксах.

#### Подготовка к измерению

Прибор готовят согласно приложенной к нему инструкции.

Градуировочные растворы с содержанием 5, 10, 20, 25, 40 и 50 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора водой. Стандартные растворы п-аминобензойной кислоты устойчивы при хранении в холодильнике в течение 3 дней.

Вводят 10 мкл каждого градуировочного раствора в хроматограф. Строят градуировочную кривую, выражающую зависимость высоты пика (мм) от концентрации п-аминобензойной кислоты (мкг/мл). Для каждой концентрации проводят не менее 5 параллельных измерений для каждого стандартного раствора в 6 точках.

Условия хроматографирования градуировочных растворов и анализируемых проб:

температура колонки	комнатная;
скорость элюента	1 мл/мин;
состав элюента:	
Этанола	30 %;
Ацетонитрила	20 %;
Воды	50 %;
Режим	изократический;
скорость движения диаграммной ленты	0,25 см/мин;
детектирование при длине волны	254 нм;
время выхода п-аминобензойной кислоты	3,8 мин.

#### Проведение измерения

Для определения п-аминобензойной кислоты фильтр с отобранной пробой переносят в химический стакан и заливают 5 мл воды, через 5 мин 10 мкл раствора вводят в хроматограф с помощью микрошприца. Записывают хроматограмму, измеряют высоту пика и по градуировочному графику находят концентрацию определяемого вещества.

#### Расчет концентраций

Концентрацию вещества (С) вычисляют по формуле (мг/м<sup>3</sup>):

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

а - концентрация п-аминобензойной кислоты, найденная по графику, мкг/мл;

в - общий объем раствора пробы, мл;

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

Методические указания разработаны НИИОПуК, г. Москва.

#### Приложение 1

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

проводят по формуле

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

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.

## Коэффициенты для приведения объема воздуха к стандартным условиям

°C	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

Рис. 1

Ловушка-концентратор.

Общий вид.

**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 трифторметансульфокислоты)	Методические указания на фотометрическое определение фторорганических соединений: Сб. МУ, в. 1 - 5. - М. 1981. - 187 с.
7. Хлоргидрат изонипекотиновой 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.