

**4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ**

**Газохроматографическое определение  
 $\alpha$ -пирролидона в атмосферном воздухе**

**Методические указания  
МУК 4.1. 785—99**

**Издание официальное**

**Минздрав России  
Москва • 2000**

**4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ**

**Газохроматографическое определение  
 $\alpha$ -пирролидона в атмосферном воздухе**

**Методические указания  
МУК 4.1.785—99**

Издание официальное

ББК 51.21

Г12

**Г12 Газохроматографическое определение  $\alpha$ -пирролидона в атмосферном воздухе: Методические указания.—М.: Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2000.—8 с.**

ISBN 5—7508—0208—6

1. Разработаны к. х. н. А. А. Кленкиным (Ростовский государственный строительный университет), с. н. с. А. П. Белянкиной (Ростовский государственный медицинский университет).

2. Утверждены и введены в действие Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации 14 октября 1999 г.

3. Введены впервые.

**ББК 51.21**

Редактор Пастухов В. В.  
Набор, верстка Юшкова Т. Г.  
Технический редактор Климова Г. И.

Подписано в печать 29.05.00

Формат 60х90/16

Печ. л. 0,5

Заказ 82

Тираж 3000

ЛР № 021232 от 23.06.97 г.

Министерство здравоохранения Российской Федерации  
101431, Москва, Рахмановский пер., д. 3

Оригинал-макет подготовлен к печати и тиражирован Издательским отделом  
Федерального центра госсанэпиднадзора Минздрава России  
125167, Москва, проезд Аэропорта, 11.  
Отделение реализации, тел. 198-61-01

ISBN 5—7508—0208—6

© **Федеральный центр госсанэпиднадзора  
Минздрава России, 2000**

## УТВЕРЖДАЮ

Главный государственный санитарный  
врач Российской Федерации –  
Первый заместитель Министра здраво-  
охранения Российской Федерации

Г. Г. Онищенко

14 октября 1999 г.

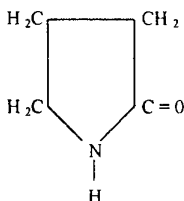
МУК 4.1.785—99

Дата введения: с момента утверждения

## 4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

### Газохроматографическое определение $\alpha$ -пирролидона в атмосферном воздухе

Настоящие методические указания устанавливают количественный газохроматографический анализ атмосферного воздуха для определения содержания в нем  $\alpha$ -пирролидона в диапазоне 0,064—0,800 мг/м<sup>3</sup>.



М. м. – 85,05

$\alpha$ -пирролидон – бесцветная жидкость.  $T_{\text{кип}}$  – 245 °С, плотность – 1,12.  $T_{\text{плавл}}$  – 23,5 °С. Растворяется в воде и органических растворителях.  $\alpha$ -пирролидон обладает общетоксическим действием. Относится к 4 классу опасности.

ПДК  $\alpha$ -пирролидона для атмосферного воздуха – 0,08 мг/м<sup>3</sup>.

#### 1. Нормы погрешности измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей  $\pm 25\%$  при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

Издание официальное

Настоящие методические указания не могут быть полностью или частично воспроизведены, тиражированы и распространены без разрешения Департамента госсанэпиднадзора Минздрава России.

## 2. Метод измерения

Измерение концентраций  $\alpha$ -пирролидона выполняется методом газожидкостной хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием. Концентрирование вещества из атмосферы осуществляется на фильтр АФА-ХП-2. Нижний предел измерения в объеме пробы — 0,064 мг/м<sup>3</sup>. Определению не мешают: N-винилпирролидон,  $\gamma$ -бутиролактон, бутиндиол, бутандион, формальдегид и ацетон. Длительность анализа — 40 мин.

## 3. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы.

### 3.1. Средства измерений

Хроматограф газовый с пламенно-ионизационным детектором

Весы лабораторные ВЛА-200

Меры массы Г-2—210, 2 кл

Линейка масштабная

Колбы мерные, вместимостью 25 см<sup>3</sup>

Пипетки, вместимостью 1, 5 см<sup>3</sup>

Колба стеклянная с притертой пробкой, вместимостью 50 см<sup>3</sup>

Мерная пробирка (палец), вместимостью 10 см<sup>3</sup>

Секундомер 2 кл

Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2

Барометр aneroid М-67

Аспиратор «Красногвардеец» М 822

Микрошприц МШ-10, вместимостью 10 мм<sup>3</sup>

ГОСТ 7328—80

ГОСТ 7328—82 Е-Е

ГОСТ 17435—72

ГОСТ 1770—74

ГОСТ 20232—74

ГОСТ 1770—74

ГОСТ 10515—75

ГОСТ 5072—79

ГОСТ 215—73Е

ТУ 2504—1797—75

ТУ 2.833.106

### 3.2. Вспомогательные устройства

Вакуумный насос

Редуктор водородный

Редуктор кислородный

Хроматографическая колонка

из нержавеющей стали длиной 3 м

и внутренним диаметром 2 мм

Дистиллятор

ТУ 26—06—459—69

ТУ 26—05—463—76

ТУ 26—05—235—70

### 3.3. Материалы

Азот сжатый

Воздух сжатый

Водород сжатый

ГОСТ 9293—74

ГОСТ 17433—80

ГОСТ 3022—89

Фильтр АФА-ХП-20  
Стекловата

### 3.4. Реактивы

α-пирролидон	ТУ 64—9—08—87
Спирт этиловый, х. ч.	ГОСТ 18300—72
Сорбент «Хроматон-N-AW-DMPS» с неподвижной жидкой фазой «5 %-ный Carbowax-20M»	
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72

## 4. Требования к безопасности

4.1. При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работы с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 122.1.05—88.

4.2. При выполнении измерений с использованием газового хроматографа соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019—79 и инструкцией по эксплуатации прибора.

## 5. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений допускаются лица, с опытом работы на газовом хроматографе.

## 6. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

6.1. Процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят в нормальных условиях согласно ГОСТ 15130—69 при температуре воздуха  $20 \pm 5$  °С, атмосферном давлении 630—800 мм рт. ст. и влажности не более 80 % при 25 °С.

6.2. Выполнение измерений на газовом хроматографе проводят в условиях, рекомендуемых технической документацией к прибору.

## 7. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: очистка этилового спирта, приготовление растворов, подготовка хроматографа, подготовка хроматографической колонки, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

### 7.1. Очистка этилового спирта

В 200 см<sup>3</sup> х. ч. этилового спирта добавляют 20 г безводного свежепрокаленного CuSO<sub>4</sub> и оставляют на сутки. Затем его перегоняют с дефлегматором, отбирая фракцию с  $T_{\text{кип}} = 79$  °С.

### 7.2. Приготовление растворов

Приготовление исходного стандартного раствора α-пирролидона для градуировки: в мерную колбу, вместимостью 25 см<sup>3</sup>, вносят 10 см<sup>3</sup>

спирта и взвешивают, затем добавляют несколько капель  $\alpha$ -пирролидона и вновь взвешивают. Раствор в колбе доводят спиртом до метки и вычисляют массу  $\alpha$ -пирролидона в 1 см<sup>3</sup> раствора. Рабочие растворы для градуировки готовят из исходного раствора ( $C = 4 \text{ мг/см}^3$ ) соответствующим разбавлением. В ряд мерных колб, вместимостью 25 см<sup>3</sup>, последовательно вносят: 0,2; 0,25; 0,5; 1,0; 2,0; 2,5 см<sup>3</sup> исходного раствора  $\alpha$ -пирролидона, доводят до метки этиловым спиртом и перемешивают.

Срок хранения растворов – 1 сутки.

### 7.3. Подготовка хроматографа

Стальную хроматографическую колонку длиной 3 м перед заполнением промывают горячей водой, дистиллированной водой, спиртом и высушивают в токе газа-носителя. Заполнение колонки производят под вакуумом. Ее заполняют 5 %-ным Carbowax-20M на хроматоне N-AW-DMDS. Концы колонки закрывают стекловатой слоем 1 см, помещают в термостат хроматографа и, не подключая к детектору, кондиционируют в токе азота с расходом 20 см<sup>3</sup>/мин при температуре 180 °C в течение 12 час. После охлаждения колонку подключают к детектору и записывают нулевую линию в рабочем режиме. При отсутствии дрейфа нулевой линии колонка готова к работе.

### 7.4. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость высоты хроматографического пика от концентрации  $\alpha$ -пирролидона, устанавливают по 6 сериям растворов для градуировки, каждая из которых состоит из 5 растворов. В мерные колбы, вместимостью 25 см<sup>3</sup>, вносят рабочие растворы для градуировки в соответствии с таблицей 1 и доводят объем до метки этиловым спиртом. Растворы перемешивают. Готовят в день проведения измерений.

Таблица 1

**Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентраций  $\alpha$ -пирролидона**

Номер раствора для градуировки	1	2	3	4	5	6
Объем рабочего стандартного раствора ( $C = 4 \text{ мг/см}^3$ ), см <sup>3</sup>	0,20	0,25	0,50	1,0	2,0	2,5
Содержание $\alpha$ -пирролидона в 2-х мм <sup>3</sup> раствора, мкг	0,064	0,080	0,160	0,320	0640	0,800

1 см<sup>3</sup> каждого градуировочного раствора наносят на поглотительный фильтр АФА-ХП-20. Затем фильтр помещают в колбу, вместимостью 25 см<sup>3</sup>, и последовательно 3 раза обрабатывают по 5 см<sup>3</sup> этилово-

го спирта. Спиртовой экстракт порциями по 5 см<sup>3</sup> упаривают в мерной пробирке ( $V = 10 \text{ см}^3$ ) в токе азота до объема 1 см<sup>3</sup>. Затем 2 мм<sup>3</sup> экстракта вводят в испаритель хроматографа и проводят газохроматографический анализ в следующих условиях:

Температура термостата	170 °С;
Температура испарителя	180 °С;
Температура детектора (ДПИ)	250 °С;
Расход газа-носителя (азота)	30 см <sup>3</sup> /мин;
Расход водорода	30 см <sup>3</sup> /мин;
Расход воздуха	300 см <sup>3</sup> /мин;
Диапазон измерения входного тока	0—1,10 А;
Коэффициент деления выходного сигнала	32;
Скорость движения пера самописца	0,15 см/мин;
Время удерживания $\alpha$ -пирролидона на колонке с сорбентом «Хроматон-N-AW-PMDS» с неподвижной жидкой фазой «5 %-ный Carbowax-20»	4 мин 10 сек.

На полученных хроматограммах измеряют высоты пиков  $\alpha$ -пирролидона и приводят их к одной шкале измерителя тока. Для установления градуировочной характеристики вычисляют средние значения результатов параллельных измерений для 5 серий градуировочных растворов. Градуировку проверяют один раз в неделю путем анализа одного из градуировочных растворов 1—6.

#### 7.5. Отбор проб

Воздух со скоростью 20 дм<sup>3</sup>/мин протягивают через фильтр АФА-ХП-20 через аспиратор «Красногвардеец» модель 822. Для выполнения анализа необходимо отобрать 500 дм<sup>3</sup> воздуха. Анализ проводят в день отбора пробы.

### 8. Выполнение измерений

Фильтр с отобранной пробой обрабатывают спиртом, а затем анализируют на газовом хроматографе, как указано в п. 7.4. настоящей методики. Концентрацию  $\alpha$ -пирролидона в воздухе (мг/м<sup>3</sup>) определяют по градуировочной характеристике.

### 9. Вычисление результатов измерений

Концентрацию  $\alpha$ -пирролидона в воздухе рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{m \cdot V_p}{V_a \cdot V_0}, \text{ где}$$

$C$  – концентрация  $\alpha$ -пирролидона в воздухе, мг/м<sup>3</sup>;

$m$  – масса  $\alpha$ -пирролидона, найденная по градуировочной характеристике в объеме раствора, взятого на анализ, мкг;



## МУК 4.1.785—99

$V_a$  – объем раствора, взятого на анализ, см<sup>3</sup>;  
 $V_P$  – общий объем раствора пробы, см<sup>3</sup>;  
 $V_0$  – объем пробы воздуха, приведенный к нормальным условиям, дм<sup>3</sup> (0 °С, 101080 Па).

$$V_0 = \frac{273 \cdot P \cdot V_i}{(273 + t) \cdot 101080}, \text{ где}$$

$P$  – атмосферное давление при отборе пробы, Па;  
 $t$  – температура воздуха в месте отбора пробы, °С;  
 $V_i$  – объем воздуха в месте отбора пробы при температуре  $t$ , °С, дм<sup>3</sup>.  
 Результат анализа представляют в виде  $C \pm 0,25 C$ .

### 10. Оперативный контроль точности

#### 10.1. Контроль градуировочной характеристики

Контроль градуировочной характеристики производят по 5-ти сериям градуировочных растворов (п. 7.4.). Величина  $\frac{H_{max} - H_{min}}{H}$  не должна превышать погрешность построения градуировочного графика, т. е. должно обязательно выполняться условие

$$\frac{H_{max} - H_{min}}{H} \cdot 100 \% \leq 12,1 \%$$

#### 10.2. Оперативный контроль точности

Алгоритм проведения ВОК точности проводится с использованием метода добавок.

Погрешность контрольных измерений признаются удовлетворительной, если:

$$K_{факт} = \left| \bar{X}_g - \bar{X} - \bar{C}_g \right| \leq K_{норм}$$

Для внутреннего оперативного контроля

$$K_{норм} = \frac{0,84}{100} \cdot \sigma \sqrt{\bar{X}^2 + \bar{X}_g^2}, \text{ где}$$

$\bar{X}$  – проба с добавкой;

$\bar{X}$  – проба без добавки;

$\sigma$  – величина добавки, т. к. величина погрешности во всем диапазоне измерений постоянна.

Контрольные измерения проводятся после выполнения анализа первой и четвертой пробы.

Контроль погрешности измерений проводят регулярно, через 20—25 измерений и обязательно после замены реактивов.