

УТВЕРЖДЕНО

Первым заместителем Председателя
Госкомсанэпиднадзора России – за-
местителем Главного государствен-
ного санитарного врача Российской
Федерации

31 октября 1996 г.

МУК 4.1.620—96

Дата введения – с момента утвер-
ждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методические указания по газохроматографическому определению метилакрилата в атмосферном воздухе

Настоящие методические указания устанавливают газохрома-
тографическую методику количественного химического анализа
атмосферного воздуха для определения в нем содержания
метилакрилата в диапазоне концентраций 0,008–0,09 мг/м³.

C₄H₆O₂

Мол. масса 86,09

Метилакрилат (метиловый эфир акриловой кислоты) – жид-
кость, температура кипения – 80,2 °С, плотность – 0,950 г/см³.
Хорошо растворяется в органических растворителях, в воде
растворяется 5,2 %. В воздухе находится в виде паров.

Метилакрилат оказывает раздражающее наркотическое
действие. ПДК для атмосферного воздуха населённых мест –
0,01 мг/м³.

1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью,
не превышающей ±18 %, при доверительной вероятности 0,95.

Издание официальное

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

2. Метод измерений

Измерение концентрации метилакрилата выполняют мето-
дом газожидкостной хроматографии с пламенно-ионизацион-
ным детектированием. Концентрирование метилакрилата из
воздуха осуществляют на твёрдый сорбент. С сорбента вещество
термодесорбируют.

Нижний предел измерений в анализируемом объёме пробы
воздуха – 0,008 мг/м³.

Определению не мешают другие акрилаты.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства,
материалы, реактивы

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

3.1. Средства измерений

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором	
Барометер-анероид М-67	ТУ 2504-1797-75
Весы аналитические лабораторные, 2-го класса	ГОСТ 24104-88Е
Линейка измерительная	ГОСТ 427-75
Лупа измерительная	ГОСТ 25706-83
Меры массы	ГОСТ 7328-82Е
Секундомер	ГОСТ 5072-79Е
Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2	ГОСТ 215-73Е
Электроаспиратор, модель М-822	МРТУ 42-862-64

3.2. Вспомогательные устройства

Хроматографические колонки из стекла длиной 3 и 2 м, диаметр 3 мм	
Аквадистиллятор	ТУ 61-1-721-79
Баня водяная лабораторная	ТУ 64-4-623-72
Вакуумный компрессор марки ВН-461М	ТУ 26-06-459-79
Дозатор диффузионно-динамический «Микрогаз»	ТУ 2-966-057
Колба К-2-250-34, ТС	ГОСТ 25-336-82Е
Концентраторы из 2-х спаянных стальных трубок длиной 115 мм, диаметром 4–5 мм и длиной 130 мм, диаметром 2–3 мм	
Редуктор водородный	ТУ 26-05-463-76
Редуктор кислородный	ТУ 26-05-235-70

Термостат с погрешностью поддержания температуры $\pm 0,8^\circ\text{C}$

Чашка выпарительная № 3

Шкаф сушильный

ГОСТ 9147-80Е

ГОСТ 13474-78

3.3. Материалы

Азот сжатый

Водород сжатый

Воздух сжатый

Стекловата или стекловолокно

СТП 6-01-15-32-83

ГОСТ 3022-80

ГОСТ 17433-80

3.4. Реактивы

Ацетон, ч. д. а.

Вода дистиллированная

Гексан, ч.

Метилакрилат

Полисорб-1 зернением 0,315—0,500 мм (насадка для концентратора)

1,2,3-трис-в-цианэтоксипропан

Хромосорб Р-АВ зернением 0,18—0,25 мм (насадка для хроматографических колонок)

ГОСТ 2603-79

ГОСТ 6709-77

ТУ 6-09-3375-78

ОСТ 6-01-41-84

ТУ 6-09-136-02-74

ТУ 6-09-104-70

4. Требования безопасности

4.1. При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работы с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТу 12.1.005-88.

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

5. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений допускают лиц, имеющих квалификацию не ниже инженера-химика, с опытом работы на газовом хроматографе.

6. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- процессы приготовления и подготовки проб к анализу проводят в нормальных условиях согласно ГОСТу 15150-69 при температуре воздуха $(20 \pm 10)^\circ\text{C}$, атмосферном давлении 630—800 мм рт. ст. и влажности не более 80 %;

- выполнение измерений на газовом хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: подготовка хроматографической колонки и концентратора, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

7.1. Подготовка хроматографических колонок и концентратора

$(1,50 \pm 0,02)$ г $\beta\beta$ -1,2,3-трис- β -цианэтоксипропана взвешивают на аналитических весах в круглодонной колбе, растворяют в ацетоне ($1/2$ объема от объема носителя) и вносят $(10,00 \pm 0,02)$ г хромосорба Р. Содержимое колбы тщательно перемешивают для равномерного нанесения фазы в течение одного часа, затем ацетон выпаривают в сушильном шкафу при температуре $(60 \pm 5)^\circ\text{C}$ до отсутствия запаха растворителя. После остывания фаза готова к употреблению.

Хроматографические колонки и концентратор перед заполнением насадками промывают горячей водой, дистиллированной водой, ацетоном, гексаном и высушивают в токе инертного газа. Заполнение хроматографической колонки насадкой проводят под вакуумом. Концы колонки закрывают стекловатой и, не подключая к детектору, кондиционируют в токе газа-носителя (азота) с расходом $30 \text{ см}^3/\text{мин}$ при температуре 100°C в течение 18 ч. После охлаждения колонку длиной 3 м подключают к детектору, записывают нулевую линию в рабочем режиме. При отсутствии дрейфа нулевой линии колонка готова к работе.

Колонку длиной 2 м после кондиционирования подсоединяют к детектору и в условиях анализа определяют время выхода метилакрилата. Затем колонку отсоединяют от детектора и используют для повторного концентрирования.

Концентратор заполняют 0,2 г Полисорба-1, который предварительно прокалывают при температуре 160°C в течение 4 ч. Сорбент фиксируют с двух сторон стекловатой. Концентраторы хранят в закрытых емкостях не более 1 месяца.

7.2. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика метилакрилата (мм^2) от его массы (мг),

устанавливают по 3-м сериям паровоздушных смесей. Паровоздушные смеси получают с помощью дозирующего устройства диффузионно-динамического типа в режиме работы «без разбавления» следующим образом. К штуцеру «градуировочная смесь» установки «Микрогаз» подсоединяют тройник, к одному концу которого подсоединяют концентратор (сравнительный). Через концентратор постоянно идет градуировочная смесь на сброс. Ко второму концу тройника подсоединяют рабочий концентратор № 1. Поворотом крана пропускают смесь через рабочий концентратор по времени. После этого рабочий концентратор вставляют в дозатор на вторую колонку (2 м), подается газ-носитель и в течение (5 ± 1) мин концентратор продувается на сброс, затем (4 ± 1) мин на концентратор № 2, подсоединенный через гайку к соединительной трубке. Концентратор с адсорбированной примесью метилакрилата вставляют в дозатор 1-й колонки и выдерживают 2 мин без газа-носителя для стабилизации температуры, затем подается газ-носитель.

Смесь анализируется в следующих условиях:

температура термостата колонок	50 °C
температура испарителя	160 °C
расход газа-носителя (азота)	
в I колонке	30 см ³ /мин
во II колонке	27 см ³ /мин
расход водорода	30 см ³ /мин
расход воздуха	300 см ³ /мин
чувствительность шкалы электрометра	4 x 4 x 10 ⁹ Ом
время удерживания метилакри- лата	
в I колонке	6 мин 54 сек
во II колонке	8 мин 28 сек

На полученной хроматограмме рассчитывают площади пиков метилакрилата. Массу адсорбированного метилакрилата определяют, рассчитав изменение массы ампулы, заполненной метилакрилатом, за час (мг/час) из данных аттестации ампулы и времени прохождения градуировочной смеси через рабочий концентратор (см. Техническое описание к инструкции по эксплуатации динамической установки «Микрогаз»). Для установления градуировочной характеристики время прохождения паровоздушной смеси через концентратор — 3; 5; 8; 10; 12; 15 и 18 сек в 3-х сериях. Градуировку проверяют 1 раз в квартал.

7.3. Отбор проб

Отбор проб воздуха проводят согласно ГОСТу 17.2.3.01-86. Воздух со скоростью 0,3—0,5 дм³/мин аспирируют через концентратор в течение 15 мин. После окончания отбора концы трубки закрывают заглушками. Срок хранения проб — 1 сутки.

8. Выполнение измерений

Концентратор с отобранной пробой вставляют в дозатор второй колонки. В течение (5 ± 1) мин продувают на сброс (для удаление примесей, мешающих определению метилакрилата) и через концентратор № 2, подсоединенный с помощью гайки к соединительной трубке для адсорбции метилакрилата; затем концентратор № 2 вставляют в дозатор рабочей колонки (3 м), стабилизируют в течение 2-х минут без газа-носителя, подают газ-носитель и записывают хроматограмму пробы воздуха. На хроматограмме рассчитывают площадь пика метилакрилата и по градуировочной характеристике определяют его массу в пробе.

9. Вычисление результатов измерений

Концентрацию метилакрилата в атмосферном воздухе (мг/м³) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{m}{V_0}, \text{ где}$$

m — масса метилакрилата в пробе, найденная по градуировочной характеристике, мг;

V_0 — объем пробы воздуха, приведенный к нормальным условиям, м³;

$$V_0 = \frac{V_t \cdot 273 \cdot P}{(273 + t) \cdot 760}, \text{ где}$$

V_t — объем воздуха, отобранный для анализа, м³;

P — атмосферное давление в месте отбора пробы, мм рт. ст.;

t — температура воздуха в месте отбора пробы, °C.

Методические указания разработаны М. Г. Большаковой, В. И. Назаровой, Л. Г. Перфиловой (Производственное объединение «Нитрон», г. Саратов).