

Секция «Мониторинг факторов среды обитания человека и методы аналитического лабораторного контроля»

Разработка и применение метода газовой хроматографии с термодесорбцией для определения массовых концентраций нитрила акриловой кислоты и метакрилатов в воздухе рабочей зоны

Лебединская К.С., Крымская Т.П., Чеботкова Д.В., Гук Д.Л., Казакевич Е.Л.

Актуальность

Нитрил акриловой кислоты, метилакрилат и метилметакрилат относятся к химическим веществам, обладающим раздражающим действием. Повышенные концентрации этих загрязнителей являются производственным фактором трудового процесса, воздействие которого может приводить к возникновению профессиональных заболеваний

ПДКмр/ПДКсрсм: НАК – 1,5/0,5 мг/м³, МА – 15/5 мг/м³, ММА – 20/10 мг/м³

Цель

Разработка высокочувствительной и селективной методики количественного определения массовых концентраций НАК, МА и ММА в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии для обеспечения профилактики профессиональной заболеваемости на предприятиях химической промышленности

Задачи

- разработка условий проведения хроматографического анализа
- разработка условий проведения термодесорбционного анализа
- разработка условий отбора проб воздуха рабочей зоны для идентификации и количественного определения НАК, МА и ММА
- определение линейности метода с исследованием градуировочных характеристик графиков, расчет нормативов контроля градуировочных графиков;
- набора данных и расчет метрологических характеристик методики. (повторяемость, промежуточную прецизионность, правильность и неопределенность результатов измерений)

Условия хроматографирования

- газовый хроматограф «Кристалл 5000.2» оснащенный двумя ПИД и термодесорбером двухстадийным ТДС
- Кварцевая капиллярная колонка (60 м× 0,53 мм × 3,0 мкм) со слоем неподвижной жидкой фазы – 6%-ный цианопропил-фенил – 94%-ный диметилполисилоксан
- Кварцевая капиллярная колонка (60 м× 0,53 мм × 3,0 мкм) со слоем неподвижной жидкой фазы карбовакс 20М
- режим ввода пробы – без деления, с экономией газа
- температура ПИД – 250 °С,
- температура испарителя – 220 °С
- режим программирования температуры – градиентный (1-й изотермический участок 45 °С (7 мин), 2-й изотермический участок 135 °С (0 мин), 3-й изотермический участок 220 °С (7 мин) скорость программирования температуры - 20 °С/мин)
- давление на входе в колонку составляет 52,6 кПа
- расход газа-носителя (азота) на поддув детектора 50 см³/мин
- расход водорода – 50 см³/мин
- расход воздуха – 500 см³/мин
- общее время анализа 36,25 мин.

Условия ТДС

- время десорбции – 8 мин,
- температура десорбции – 250 °С,
- нижняя температура ловушки – –10 °С,
- верхняя температура ловушки – 300 °С,
- скорость нагрева ловушки – 500 °С/мин.

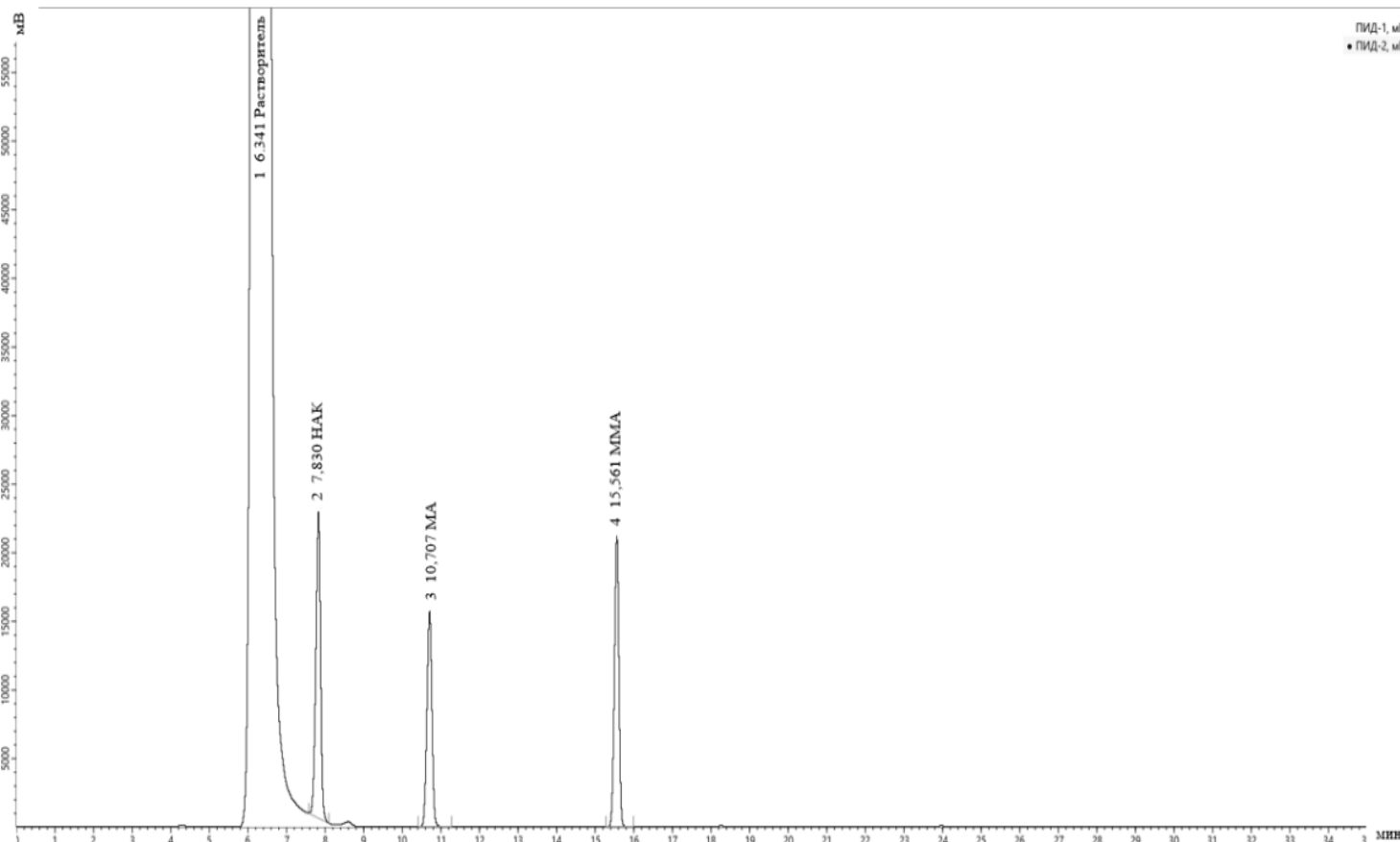
Условия отбора проб воздуха рабочей зоны

Скорость отбора 100 см³/мин
Время отбора пробы 20 мин
Общий объем пропущенного через сорбционную трубку воздуха 2 дм³

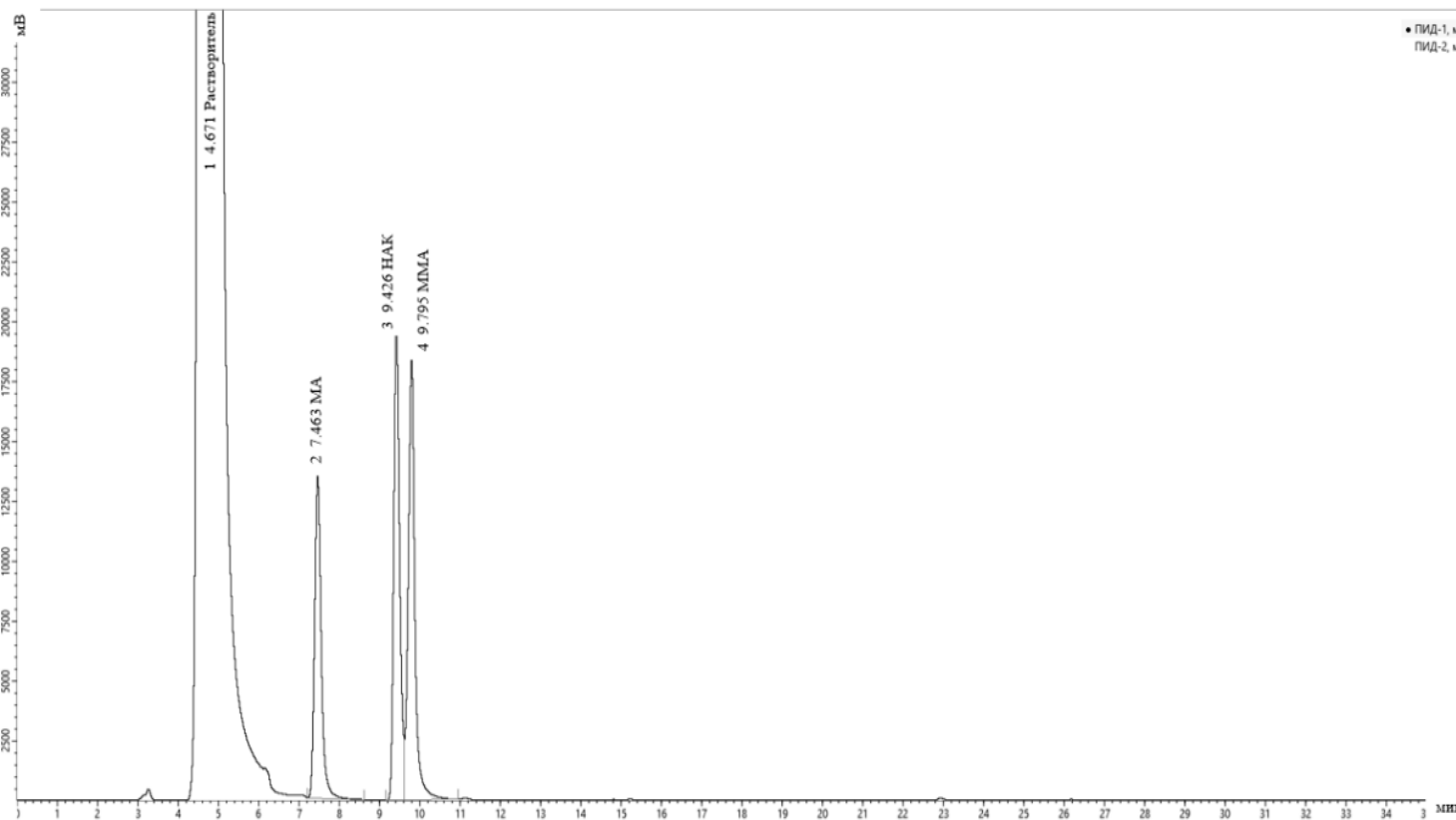
- концентрирование НАК, МА и ММА из воздуха рабочей зоны на сорбционные трубки, заполненные твердым сорбентом Tenax GR/Carbopack B/Carbosieve S-III
- термическая десорбция
- газохроматографическое разделение определяемых веществ
- идентификация по временам удерживания на двух каналах ПИД
- количественное определение методом абсолютной градуировки.
- Предел количественного определения массовых концентраций НАК, МА и ММА в воздухе рабочей зоны 0,1 мг/м³

Принцип метода

Итоги



Хроматограмма модельного образца воздуха рабочей зоны на кварцевой капиллярной колонке со слоем неподвижной жидкой фазы – 6% ианопрпил-фенил – 94% диметилполисилоксан



Хроматограмма модельного образца воздуха рабочей зоны на кварцевой капиллярной колонке со слоем неподвижной жидкой фазы – карбовакс 20М

Рабочие характеристики и показатели точности методики измерений				
Определяемое вещество	Диапазон измерений массовой концентрации, мг/м³	Предел повторяемости r, %	Предел промежуточной прецизионности R _(то) , %	Относительная расширенная неопределенность U(X), % (P = 95 %, k = 2)
ММА	От 0,100 до 1,00 вкл.	12	14	35
	Свыше 1,00 до 10,0 вкл.	9	11	30
	Свыше 10,0 до 40,0 вкл.	8	9	20
МА	От 0,100 до 1,00 вкл.	18	21	35
	Свыше 1,00 до 10,0 вкл.	13	18	30
	Свыше 10,0 до 40,0 вкл.	10	13	20
НАК	От 0,100 до 1,00 вкл.	13	23	35
	Свыше 1,00 до 10,0 вкл.	12	21	35
	Свыше 10,0 до 40,0 вкл.	7	11	22

chromatographic@rspch.by