**Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации**

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

# Хромато-масс-спектрометрическое определение веществ, входящих в состав табака и табачной пыли, в атмосферном воздухе

**Методические указания**
**МУК 4.1.1673—03**

Издание официальное

**Минздрав России**
**Москва • 2004**

gost.e-ecolog.ru

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

# Хромато-масс-спектрометрическое определение веществ, входящих в состав табака и табачной пыли, в атмосферном воздухе

**Методические указания**
**МУК 4.1.1673—03**

ББК 51.21
Х94

Х94 **Хромато-масс-спектрометрическое определение веществ, входящих в состав табака и табачной пыли, в атмосферном воздухе: Методические указания.—М.: Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2004.—19 с.

ISBN 5—7508—0498—4

1. Разработаны: ГУ НИИ экологии человека и гигиены окружающей среды им. А. Н. Сысина РАМН (д. б. н. А. Г. Малышевой, к. х. н. А. А. Беззубовым, И. В. Баевой).

2. Утверждены Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации, Первым заместителем Министра здравоохранения Российской Федерации Г. Г. Онищенко 30 июня 2003 г.

3. Введены впервые.

**ББК 51.21**

ISBN 5—7508—0498—4

**© Минздрав России, 2004**
**© Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2004**

# Содержание

Предисловие ..... 4
1. Область применения ..... 6
2. Физико-химические свойства веществ и гигиенические нормативы ..... 7
3. Погрешность измерений ..... 7
4. Метод измерений ..... 7
5. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы ..... 9
6. Требования безопасности ..... 10
7. Требования к квалификации оператора ..... 10
8. Условия измерений ..... 11
9. Подготовка к выполнению измерений и проведение измерений ..... 11
10. Выполнение измерений ..... 17
11. Вычисление результатов измерений ..... 17
12. Оформление результатов измерений ..... 18
13. Контроль погрешности измерений ..... 18
Список литературы ..... 19

## Предисловие

К настоящему времени актуальность приобретает аналитический контроль качества атмосферного воздуха в районе расположения производств, использующих сырье растительного происхождения. К таким производствам относятся табачные фабрики, от которых в окружающую среду поступают на различных стадиях технологического процесса производства табачных изделий (обработка табачного листа, резка, сушка, ферментация, пропарка и др.), наряду с твердыми частицами табачной пыли, сложные смеси летучих органических веществ. Загрязнение атмосферного воздуха в районе расположения табачных фабрик имеет особую гигиеническую значимость, которая проявляется многочисленными жалобами населения на наличие запаха в жилой зоне. В то время как с позиций гигиенического нормирования сложные смеси летучих веществ, обладающих запахом, могут иногда рассматриваться как самостоятельный объект изучения и регламентации, с позиций аналитического контроля все же остается необходимой расшифровка спектра загрязняющих веществ.

По химическому составу табачный лист состоит из углеводов, белков, липидов, азотсодержащих веществ, органических кислот, эфирных масел, предельных углеводородов, полифенолов, смол. Одной из характерных особенностей является присутствие в нем азотсодержащих веществ – алкалоидов, главным из которых является никотин. Его содержание в различных частях табачного листа колеблется от 2 до 5 % и изменяется в процессе сушки и ферментации. При пропарке табачного листа в воздух поступают перегоняющиеся с паром эфирные масла, в состав которых входят карбонильные соединения, кислоты, спирты и сложные эфиры. Смолы табака представлены углеводородами, кислотами, спиртами.

Обобщение результатов хромато-масс-спектрометрических исследований летучих фракций над различными сортами табака и табачного сырья на разных стадиях технологического процесса производства табачных изделий, воздушной среды рабочей зоны, производственных выбросов, а также воздуха жилой зоны вблизи расположения табачных фабрик позволило выделить 10 органических компонентов. Среди них никотин, 3 карбонильных соединения (бензальдегид; 6,8-нонадиен-2-он, 8-метил, 5-изопропил; 5,9-ундекадиен-

2-он, 6,10-диметил), 3 спирта (бензиловый, 2-фенилэтиловый, 1,2-пропандиол), 2 кислоты (пентановая, гексановая) и непредельный углеводород (эйкозен-1). Выбор веществ осуществлен с учетом комплекса критериев: частота обнаружения, уровни концентраций, специфичность для выбросов табачного производства.

Методические указания предназначены для контроля качества атмосферного воздуха в жилой зоне вблизи расположения табачных фабрик.

УТВЕРЖДАЮ
Главный государственный санитарный врач Российской Федерации,
Первый заместитель Министра здравоохранения Российской Федерации

Г. Г. Онищенко
30 июня 2003 г.
Дата введения: 30 июня 2003 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

# Хромато-масс-спектрометрическое определение веществ, входящих в состав табака и табачной пыли, в атмосферном воздухе

## Методические указания МУК 4.1.1673—03

## 1. Область применения

Настоящие методические указания устанавливают количественный хромато-масс-спектрометрический анализ атмосферного воздуха для определения в нем 10 компонентов табака: 1,2-пропандиола в диапазоне концентраций 0,015—0,15 мг/м$^3$; 2-фенилэтанола в диапазоне концентраций 0,05—0,5 мг/м$^3$; бензилового спирта в диапазоне концентраций 0,08—0,8 мг/м$^3$; бензальдегида в диапазоне концентраций 0,02—0,2 мг/м$^3$; 6,8-нонадиен-2-он, 8-метил, 5-изопропил в диапазоне концентраций 0,0015—0,015 мг/м$^3$; 5,9-ундекадиен-2-он, 6,10-диметил в диапазоне концентраций 0,0015—0,015 мг/м$^3$; пентановой кислоты в диапазоне концентраций 0,005—0,05 мг/м$^3$; гексановой кислоты в диапазоне концентраций 0,0025—0,025 мг/м$^3$; никотина в диапазоне концентраций 0,0002—0,004 мг/м$^3$; эйкозена-1 в диапазоне концентраций 0,5—5,0 мг/м$^3$.

Методические указания предназначены для использования лабораториями учреждений государственной санитарно-эпидемиологической службы при осуществлении аналитического контроля химического загрязнения атмосферного воздуха в районе расположения табачных фабрик, производственными лабораториями предпри-

ятий, научно-исследовательскими институтами, работающими в области гигиены окружающей среды.

Методические указания разработаны в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.563—96 «Методики выполнения измерений», ГОСТ 17.0.0.02—79 «Охрана природы. Метрологическое обеспечение контроля загрязненности атмосферы, поверхностных вод и почвы. Основные положения», ГОСТ 17.2.4.02—81 «Охрана природы. Атмосфера. Общие требования к методам определения загрязняющих веществ».

Методические указания одобрены и приняты на бюро секции по физико-химическим методам исследования объектов окружающей среды Проблемной комиссии «Научные основы экологии человека и гигиены окружающей среды» и бюро Комиссии по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию Министерства здравоохранения Российской Федерации.

## 2. Физико-химические свойства веществ и гигиенические нормативы

Физико-химические свойства органических веществ табака и табачной пыли и их гигиенические нормативы приведены в табл. 1.

## 3. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей ± 24 %, при доверительной вероятности 0,95.

## 4. Метод измерений

Измерение концентраций органических веществ табака основано на улавливании их из воздуха с табачной пылью и концентрировании на адсорбенте, экстракции диэтиловым эфиром, упаривании до органического масла, реэкстракции этанолом, газохроматографическом разделении на капиллярной колонке, идентификации по масс-спектрам и количественном определении.

Нижний предел измерения никотина в анализируемом объеме экстракта 0,002 мкг.

Определению не мешают другие органические соединения. Продолжительность проведения хромато-масс-спектрометрического анализа 36 мин.

Таблица 1

**Физико-химические свойства летучих органических веществ табака и их гигиенические нормативы**

| Вещество | Формула | Мол. масса | Плотность | Т, °С | Растворимость, г/дм$^3$ | | | | Гигиенический норматив, мг/м$^3$ | | Класс опасности | Характер. ион |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | | вода | этанол | эфир | хлороформ | ПДК, м.р. | ПДК, с.с. | | |
| 1,2-пропандиол | $C_3H_8O_2$ | 76,09 | $1,04^{20}$ | 188—189 | ∞ | ∞ | Р | – | | 0,03* | – | 45 |
| 2-фенилэтанол | $C_8H_{10}O$ | 122,17 | $1,024^{25}$ | 219—221 | 16,0 | ∞ | ∞ | Р | | 0,1* | – | 91, 92, 122 |
| бензиловый спирт | $C_7H_8O$ | 108,14 | $1,05^{15}$ | 205 | $40,0^{17}$ | 667,0 | ∞ | Р | 0,16 | – | 4 | 77, 79, 107, 108 |
| гексановая кислота | $C_6H_{12}O_2$ | 116,16 | $0,95^{0}$ | 202—205 | $8,86^{20}$ | Р | Р | Р | 0,01 | 0,005 | 3 | 60,73, 129 |
| пентановая кислота | $C_5H_{10}O_2$ | 102,14 | $0,94^{24}$ | 186,4 | $37,0^{16}$ | ∞ | ∞ | Р | 0,03 | 0,01 | 3 | 60, 73, 129 |
| бензальдегид | $C_7H_6O$ | 106,13 | $1,05^{10}$ | 179 | 3,3 | ∞ | ∞ | Р | 0,04 | – | 3 | 50, 51, 77, 105, 106 |
| никотин | $C_{10}H_{14}N_2$ | 162,23 | 1,01 | 247 | ∞ | ∞ | ∞ | л.р. | 0,0008 | 0,004 | 4 | 84 |
| эйкозен-1 | $C_{20}H_{40}$ | 282,56 | | | н. р. | т. р. | ∞ | р. | – | – | – | 55, 68, 82, 95, 109, 123 |
| 6,8-нонадиен-2-он, 8-метил, 5-изопропил | $C_{13}H_{22}O$ | 194,31 | – | – | – | – | р | – | – | – | – | 93, 121, 136, 194 |
| 5,9-ундекадиен-2-он, 6,10-диметил | $C_{13}H_{22}O$ | 194,31 | – | – | – | – | р | – | – | – | – | 69, 136, 151, 194 |

* – ОБУВ.

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

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

### *5.1. Средства измерений*

| | |
|---|---|
| Газовый хроматограф с масс-селективным детектором | |
| Программное обеспечение HPG 1034 VS Chem Station (серия DOS) | |
| Библиотека NBS 54 | |
| Весы аналитические ВЛА-200 | ГОСТ 24104—80 Е |
| Меры массы | ГОСТ 7328—82 Е |
| Микрошприц МШ-10 М | ГОСТ 8-43—75 |
| Барометр-анероид М-67 | ТУ 2504-1797—75 |
| Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2 | ГОСТ 215—73 Е |
| Колбы мерные, вместимостью 25 и 100 $см^3$ | ГОСТ 1770—74 Е |
| Пипетки, вместимостью 1, 2, 5 и 10 $см^3$ | ГОСТ 29169—91 |
| Электроаспиратор ПУ-2 ЭП | |

### *5.2. Вспомогательные устройства*

| | |
|---|---|
| Колонка кварцевая капиллярная, длиной 30 м, внутренним диаметром 0,25 мм с неподвижной фазой SPB-1 (диметилполисилоксан) с толщиной пленки 1,0 мкм | |
| Трубки сорбционные из молибденового стекла, длиной 80 мм, внутренним диаметром 4 мм | |
| Шкаф сушильный электрический типа 2В-151 | |
| Эксикатор | |
| Микрососуды стеклянные с узким коническим дном типа Microvial Aqilent Technologies | |
| Дистиллятор | ТУ 61-1-721—79 |
| Баня водяная | |

### *5.3. Материалы*

| | |
|---|---|
| Гелий газообразный марки А в баллоне | ТУ 51-940—80 |
| Заглушка из фторпласта или силиконовый шланг со стеклянными пробками | |
| Мешочки для активированного угля марлевые | |

Стекловата, промытая

### *5.4. Реактивы*

| | |
|---|---|
| Активированный уголь любой марки | |
| Силикагель КСК, крупнозернистый | |
| Никотин, х. ч., Schuchardt (ФРГ) | |
| Силохром С-120, фракция 0,35—0,5 мм | ТУ 6-09-17-48—82 |
| Эфир диэтиловый, стабилизированный, Госфармакопея | |
| Натрий гидроксид, х. ч. | ГОСТ 4328—77 |
| Вода дистиллированная | ГОСТ 6709—77 |
| Этанол, х. ч. | ТУ 6-09-1710—77 |
| 1,2-пропандиол, ч. | ТУ 6-09-2434—81 |
| Бензиловый спирт, ч. | ГОСТ 8751—72 |
| Гексановая (капроновая) кислота, ч. | ТУ 6-09-126—75 |
| Пентановая (валериановая) кислота, ч. | ТУ 6-09-528—75 |
| Бензальдегид, ч. | ГОСТ 157—78 |
| Эйкозан, ч. | ТУ 6-09-18-37—78 |
| Гексан, х. ч. | ТУ 6-09-4521—77 |
| Хлороформ, х. ч. | ГОСТ 20015—88 |

## 6. Требования безопасности

6.1. При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работы с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.005—88 и 12.1.007—76.

6.2. При выполнении измерений концентраций веществ с использованием хромато-масс-спектрометра и электроаспиратора следует соблюдать правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019—79 и инструкцией по эксплуатации приборов.

6.3. Диэтиловый эфир и этанол являются наркотиками и при работе с ними следует соблюдать меры безопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.007—76.

## 7. Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке их результатов на хромато-масс-спектрометре допускают лиц, имеющих квалификационную группу по работе на установках с высоким напряжением не ниже четвертой, прошедших курс обучения и знающих устройство и правила эксплуатации прибора.

## 8. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

8.1. Процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят в нормальных условиях согласно ГОСТ 15150—69 при температуре воздуха (20 ± 5) °С, атмосферном давлении 630—800 мм рт. ст. и влажности воздуха не более 80 %.

8.2. Выполнение измерений на хромато-масс-спектрометре проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору и настоящими методическими указаниями.

## 9. Подготовка к выполнению измерений и проведение измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: подготовку сорбента, приготовление растворов, подготовку хроматографической колонки и сорбционных трубок, подготовку стекловаты, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

### *9.1. Подготовка сорбента*

Сорбент силохром С-120 промывают тремя порциями этанола и прогревают в сушильном шкафу при 200 °С в течение 4 ч. После охлаждения готовый сорбент помещают в склянку с хорошо притертой стеклянной пробкой и хранят в промытом и тщательно высушенном эксикаторе, на дно которого насыпан слой сухого силикагеля КСК, а по бокам расположены марлевые мешочки с активированным углем.

### *9.2. Приготовление растворов*

*Исходный раствор никотина для градуировки (с = 1 мг/см$^3$).* Навеску никотина в количестве 100 мг вносят в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, приливают этанол до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения исходного раствора – 30 дней в холодильнике.

*Рабочий раствор никотина для градуировки (с = 0,02 мг/см$^3$).* В мерную колбу вместимостью 100 см$^3$ вносят пипеткой 2 см$^3$ исходного раствора никотина, приливают этанол до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения рабочего раствора – 10 дней в холодильнике.

*Гидроксид натрия 1 %-ный раствор.* Растворяют 1 г гидроксида натрия в дистиллированной воде. Объем доводят до 100 см$^3$.

*Рабочий раствор 1,2-пропандиола для градуировки (с = 1 мг/см$^3$).* Навеску 1,2-пропандиола в количестве 100 мг вносят в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, приливают этанол до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения рабочего раствора – 30 дней в холодильнике.

*Рабочий раствор бензилового спирта для градуировки (с = 5 мг/см$^3$).* Навеску бензилового спирта в количестве 500 мг вносят в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, приливают этанол до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения рабочего раствора – 30 дней в холодильнике.

*Рабочий раствор бензальдегида для градуировки (с = 2 мг/см$^3$).* Навеску бензальдегида в количестве 200 мг вносят в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, приливают этанол до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения рабочего раствора – 20 дней в холодильнике.

*Исходный раствор пентановой кислоты для градуировки (с = 1 мг/см$^3$).* Навеску пентановой кислоты в количестве 100 мг вносят в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, приливают хлороформ до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения исходного раствора – 20 дней в холодильнике.

*Рабочий раствор пентановой кислоты для градуировки (с = 0,5 мг/см$^3$).* В мерную колбу вместимостью 50 см$^3$ переносят 25 см$^3$ исходного раствора пентановой кислоты, приливают хлороформ до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения рабочего раствора – 7 дней в холодильнике.

*Исходный раствор гексановой кислоты для градуировки (с = = 1 мг/см$^3$).* Навеску гексановой кислоты в количестве 100 мг вносят в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, приливают хлороформ до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения исходного раствора – 20 дней в холодильнике.

*Рабочий раствор гексановой кислоты для градуировки (с = 0,25 мг/см$^3$).* В мерную колбу вместимостью 50 см$^3$ переносят 12,5 см$^3$ исходного раствора гексановой кислоты, приливают хлороформ до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения рабочего раствора – 7 дней в холодильнике.

*Рабочий раствор эйкозана для градуировки (с = 100 мг/см$^3$).* Навеску эйкозана в количестве 10 г вносят в мерную колбу вмести-

мостью 100 $см^3$, приливают хлороформ до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения рабочего раствора – 30 дней.

### *9.3. Подготовка хроматографической колонки*

Кварцевую капиллярную колонку предварительно кондиционируют, нагревая в термостате хроматографа ступенчато с 70 до 270 °С в течение 2 ч и выдерживают при 270 °С в течение 4 ч. По охлаждении термостата до комнатной температуры выход колонки подсоединяют к устройству сопряжения с масс-спектрометром. Записывают нулевую линию при параметрах проведения хроматографического анализа. При отсутствии флуктуации приступают к работе.

### *9.4. Подготовка сорбционных трубок*

Сорбционные трубки готовят непосредственно перед отбором проб или установлением градуировочной характеристики. В трубку помещают 0,1 г силохрома С-120, закрепляют стекловолокном и закрывают тефлоновыми заглушками или силиконовым шлангом со стеклянными пробками.

### *9.5. Подготовка стекловолокна*

Стекловату промывают 1 %-ным раствором гидроксида натрия, дистиллированной водой до нейтральной реакции и высушивают в сушильном шкафу при 100 °С.

### *9.6. Установление градуировочной характеристики*

Градуировочную характеристику устанавливают на градуировочных растворах органических веществ. Она выражает зависимость суммарной площади пиков индивидуальных характеристических ионов органических веществ (безразмерные компьютерные единицы) от их количеств в мкг и строится по 5 сериям растворов для градуировки.

Каждую серию, состоящую из 6 растворов, готовят в мерных колбах вместимостью 25 $см^3$. Для этого в каждую колбу вносят пипеткой рабочий раствор соответствующего вещества в соответствии с табл. 2—7, приливают этанол или хлороформ до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 2

**Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентраций 1,2-пропандиола**

| Номер раствора | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Объем рабочего раствора 1,2-пропандиола ($c$ = 1 мг/см$^3$) | 0 | 2,25 | 5,0 | 11,25 | 16,9 | 22,5 |
| Концентрация 1,2-пропандиола, мкг/см$^3$ | 0 | 90,0 | 180,0 | 450,0 | 675,0 | 900,0 |
| Содержание 1,2-пропандиола в 2 мм$^3$, мкг | 0 | 0,18 | 0,36 | 0,90 | 1,35 | 1,8 |

Таблица 3

**Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентраций бензилового спирта**

| Номер раствора | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Объем рабочего раствора бензилового спирта ($c$ = 5 мг/см$^3$), см$^3$ | 0 | 2,4 | 4,8 | 12,0 | 18,0 | 24,0 |
| Концентрация бензилового спирта, мкг/см$^3$ | 0 | 480,0 | 960,0 | 2400,0 | 3600,0 | 4800,0 |
| Содержание бензилового спирта в 2 мм$^3$, мкг | 0 | 0,96 | 1,92 | 4,8 | 7,2 | 9,6 |

Таблица 4

**Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентраций бензальдегида**

| Номер раствора | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Объем рабочего раствора бензальдегида ($c$ = 2 мг/см$^3$), см$^3$ | 0 | 1,5 | 3,0 | 7,5 | 11,25 | 15,0 |
| Концентрация бензальдегида, мкг/см$^3$ | 0 | 120,0 | 240,0 | 600,0 | 900,0 | 1200,0 |
| Содержание бензальдегида в 2 мм$^3$, мкг | 0 | 0,24 | 0,48 | 1,2 | 1,8 | 2,4 |

Таблица 5

**Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентраций пентановой кислоты**

| Номер раствора | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Объем рабочего раствора пентановой кислоты ($c$ = 0,5 мг/см$^3$), см$^3$ | 0 | 1,5 | 3,0 | 7,5 | 11,25 | 15,0 |
| Концентрация пентановой кислоты, мкг/см$^3$ | 0 | 30,0 | 60,0 | 150,0 | 225,0 | 300,0 |
| Содержание пентановой кислоты в 2 мм$^3$, мкг | 0 | 0,06 | 0,12 | 0,3 | 0,45 | 0,6 |

Таблица 6

**Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентраций гексановой кислоты**

| Номер раствора | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Объем рабочего раствора гексановой кислоты ($c$ = 0,25 мг/см$^3$), см$^3$ | 0 | 1,5 | 3,0 | 7,5 | 11,25 | 15,0 |
| Концентрация гексановой кислоты, мкг/см$^3$ | 0 | 150 | 30,0 | 75,0 | 112,5 | 150,0 |
| Содержание гексановой кислоты в 2 мм$^3$, мкг | 0 | 0,03 | 0,06 | 0,15 | 0,23 | 0,3 |

Таблица 7

**Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентрации эйкозана**

| Номер раствора | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Объем рабочего раствора эйкозана ($c$ = 100 мг/см$^3$), см$^3$ | 0 | 0,75 | 1,5 | 3,75 | 5,63 | 7,5 |
| Концентрация эйкозана, мг/см$^3$ | 0 | 3,0 | 6,0 | 15,0 | 22,5 | 30,0 |
| Содержание эйкозана в 2 мм$^3$, мкг | 0 | 6,0 | 12,0 | 30,0 | 45,0 | 60,0 |

Таблица 8

**Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентрации никотина**

| Номер раствора | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Объем рабочего раствора никотина (с = 0,02 мг/см$^3$), см$^3$ | 0 | 1,5 | 3,0 | 7,5 | 11,25 | 15,0 |
| Концентрация никотина, мг/см$^3$ | 0 | 0,0012 | 0,0024 | 0,006 | 0,009 | 0,012 |
| Содержание никотина в 2 мм$^3$, мкг | 0 | 0,0024 | 0,0048 | 0,012 | 0,018 | 0,024 |

При построении градуировочной характеристики в сорбционные трубки, предварительно вынув стекловату, на силохром С-120 микрошприцем наносят 2 мм$^3$ соответствующего градуировочного раствора, закрывают стекловатой и с другого конца трубки приливают по каплям 1,5 см$^3$ диэтилового эфира. Элюат, содержащий органические вещества табака, собирают в микрососуд с узким коническим дном и упаривают эфир на водяной бане при 45 °С. Остаток растворяют в 2 мм$^3$ этанола и экстракт анализируют на газовом хроматографе с масс-селективным детектором.

Условия проведения хромато-масс-спектрометрического анализа:

| | |
|---|---|
| температура испарителя | 220 °С |
| температура хроматографической колонки в течение 2 мин | 55 °С |
| затем нагрев со скоростью 5 °С/мин до температуры | 180 °С |
| затем нагрев со скоростью 10 °С/мин до температуры | 270 °С |
| общее время анализа | 36 мин |
| время задержки деления потока при вводе пробы | 0,5 мин |

Масс-спектры электронного удара органических соединений получают при энергии ионизирующих электронов 70 эв и температуре масс-селективного детектора 172 °С. Число сканирований в секунду 1,2, число выборок 2, напряжение на электронном умножителе 1635 в, ток эмиссии 50 мкА.

На полученной хроматограмме рассчитывают площадь пика органического вещества и по результатам анализа 5 серий строят градуировочную характеристику. Градуировку проверяют 1 раз в полгода.

### *9.7. Отбор проб*

Отбор проб воздуха, содержащего табачную пыль, проводят согласно ГОСТ 17.2.3.01—86. Воздух аспирируют с помощью электроаспиратора через сорбционную трубку со скоростью 0,4 дм$^3$/мм в течение 30 мин. Трубки с отобранными пробами закрывают заглушками. Срок хранения отобранных проб – не более 3 суток в холодильнике.

## 10. Выполнение измерений

Органические вещества, сконцентрированные на сорбенте, элюируют пропусканием через сорбционную трубку 1,5 см$^3$ диэтилового эфира в направлении, противоположном протягиванию воздуха. Элюат собирают в микрососуд с узким коническим дном и упаривают эфир на водяной бане при 45 °С. К остатку добавляют 2 мм$^3$ этанола и анализируют экстракт на газовом хроматографе с масс-селективным детектором в условиях, описанных в п. 9.6.

Рассчитывают площади пиков органических веществ и по градуировочным характеристикам определяют их массу в пробе.

Расчеты содержания 2-фенилэтилового спирта проводят по градуировочной характеристике бензилового спирта.

Расчеты содержания 6,8-нонадиен-2-он, 8-метил, 5-изопропила и 5,9-ундекадиен-2-он, 6,10-диметила проводят по градуировочной характеристике бензальдегида.

Расчеты содержания эйкозена-1 проводят по градуировочной характеристике эйкозана.

## 11. Вычисление результатов измерений

Концентрацию органических веществ в атмосферном воздухе и табачной пыли (мг/м$^3$) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{m}{V_o}, \text{ где}$$

$m$ – масса органического вещества, найденная по градуировочной характеристике, мкг;

$V_o$ – объем воздуха, взятый для анализа и приведенный к нормальным условиям, дм$^3$.

## 12. Оформление результатов измерений

Результаты измерений концентраций органических веществ табака оформляют протоколом в виде: $C$, мг/м$^3$; $\Delta \pm 24$ % с указанием даты проведения анализа, места отбора пробы, названия лаборатории, юридического адреса организации, ответственного исполнителя и руководителя лаборатории.

## 13. Контроль погрешности измерений

Проводят контроль погрешности измерений на градуировочных растворах, имеющих низшую границу диапазона измеряемых концентраций в соответствии с п.п. 10 и 11.

Рассчитывают среднее значение результатов измерений концентрации в градуировочных растворах:

$$\overline{C_i} = \frac{1}{n}\left(\sum_{i=1}^{n} C_i\right), \text{ где}$$

$n$ – число измерений в пробе градуировочного раствора;

$C_i$ – результат измерения концентрации вещества в $i$-ой пробе градуировочного раствора, мг/дм$^3$.

Рассчитывают среднее квадратичное отклонение результата измерения концентрации:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(C_{ni} - \overline{C_{ni}})^2}{n-1}}$$

Рассчитывают доверительный интервал:

$$\Delta\overline{C_{ni}} = \frac{S}{\sqrt{n}} \cdot t \text{, где}$$

t – коэффициент нормированных отклонений, определяемый по таблицам Стьюдента, при доверительной вероятности 0,95

и затем относительную погрешность определения концентраций:

$$\delta = \frac{\Delta\overline{C_{ni}}}{\overline{C_{ni}}} \cdot 100\,\%$$

Если $\delta \leq 22$ %, то погрешность измерений удовлетворительная. Если данное условие не выполняется, то выясняют причину и повторяют измерения.

## Список литературы

1. Машковцев М. Ф. Химия табака. М.: Пищевая промышленность, 1971.

2. Техническая биохимия /Под ред. В. Л. Кретовича. М.: Высшая школа, 1973.

3. Байерман К. Определение следовых количеств органических веществ. М.: Мир, 1987.

4. Виттенберг А. Г., Иоффе Б. В. Газовая экстракция в хроматографическом анализе. Л.: Химия, 1982.

5. Лурье А. А. Хроматографические материалы. М.: Химия, 1987.

**Хромато-масс-спектрометрическое определение веществ, входящих в состав табака и табачной пыли, в атмосферном воздухе**

**Методические указания**
**МУК 4.1.1673—03**

Редакторы Акопова Н. Е., Глазкова М. Ф.
Технический редактор Ломанова Е. В.

Подписано в печать 19.01.04

**Формат 60x88/16** Печ. л. 1,25

Тираж 3000 экз. Заказ 3

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

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

gost.e-ecolog.ru