4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение концентраций химических веществ в воздухе

Сборник методических указаний

МУК 4.1.1044—1053—01

Выпуск 2

Часть 2

gost.e-ecolog.ru

ББК 51.21
О60

О60 **Определение** концентраций химических веществ в воздухе: Сборник методических указаний.—Вып 2.—Ч. 2.—М.: Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2002.—64 с.

ISBN 5—7508—0306—6

1. *Подготовлен НИИ экологии человека и гигиены окружающей среды им. А. Н. Сысина РАМН авторским коллективом под руководством А. Г. Малышевой (А. Г. Малышева, Н. П. Зиновьева, А. А. Беззубов, Т. И. Голова).*

2. Утвержден и введен в действие Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации – Первым заместителем министра здравоохранения Российской Федерации – Г. Г. Онищенко 5 июня 2001 г.

3. Введен впервые.

ББК 51. 21

Редакторы Кучурова Л. С., Максакова Е. И.
Технические редакторы Климова Г. И., Ломанова Е. В.

Подписано в печать 31.01.02

Формат 60x88/16 Печ. л. 4,0

Тираж 3000 экз. Заказ 3

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

© Минздрав России, 2002
© Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2002

УТВЕРЖДАЮ
Главный государственный
санитарный врач
Российской Федерации –
Первый заместитель
Министра здравоохранения
Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
5 июня 2001 г.
МУК 4.1.1052—01
Дата введения: 1 октября 2001 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Газохроматографическое определение токоферола ацетата в воздухе

Методические указания

Настоящие методические указания устанавливают газохроматографическую методику количественного химического анализа воздуха для определения в нем содержания токоферола ацетата в диапазоне концентраций 0,04—2,0 мг/м³.

$C_{31}H_{52}O_3$ Мол. масса 472,42

Токоферола ацетат (витамин Е) – вязкая жидкость желтоватого цвета. Температура кипения 225—230 °С, температура плавления 2,5—3,5° С. Практически не растворим в воде, легко растворим в эфире, ацетоне, хлороформе, гексане, растительном масле. В воздухе находится в виде паров.

Ориентировочный безопасный уровень воздействия витамина Е в атмосферном воздухе (ОБУВ) 0,08 мг/м³.

1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей ± 20 %, при доверительной вероятности 0,95.

2. Метод измерений

Измерения концентраций токоферола ацетата выполняют методом газовой хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием. Концентрирование паров токоферола ацетата из воздуха осуществляют улавливанием на твердый сорбент с последующим элюированием гексаном.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме 0,004 мкг.

Определению не мешают гексан, диэтиловый эфир, хлороформ, тиамина хлорид (витамин B_1), сульфаниламидные препараты.

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	
Барометр-анероид М-67	ТУ 2504—1797—75
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24101—80Е
Колбы мерные вместимостью 25 см³	ГОСТ 1770—74Е
Линейка измерительная	ГОСТ 17435—72
Лупа измерительная	ГОСТ 25706—83
Меры массы	ГОСТ 7328—82
Микрошприц МШ-10 М	ГОСТ 8043—74
Пипетки вместимостью 1—5 см³	ГОСТ 29169—91
Пробирки с притертыми пробками вместимостью 5 см³	ГОСТ 1770—74Е
Секундомер	ГОСТ 5072—70
Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2	ГОСТ 215—73Е
Электроаспиратор	ТУ 64—1—862—72

3.2. Вспомогательные устройства

Хроматографическая колонка стеклянная длиной 1 м и внутренним диаметром 4 мм	
Дистиллятор	ТУ 61—1—721—79
Насос вакуумный ВН-461 М	ТУ 26—06—459—69
Редуктор водородный	ТУ 26—05—463—76
Редуктор кислородный	ТУ 26—05—235—70
Трубки сорбционные стеклянные длиной 9 см, внутренним диаметром 5 мм	

3.3. Материалы

Азот сжатый	ГОСТ 9293—74
Бумага индикаторная	
Водород сжатый	ГОСТ 3022—80
Воздух сжатый	ГОСТ 11882—73
Стекловата	ГОСТ 10176—74

3.4. Реактивы

Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—77
Гексан, х. ч.	ТУ 6—09—4521—77
Кислота хлористо-водородная х. ч.	ГОСТ 3118—77
Неподвижная жидкая фаза – 5 % SE-30, нанесенная на Инертон N-AW-DMCS готовая насадка для хроматографической колонки, производство Чехия	
Силикагель марки АСМ, фр. 0,25—0,50 мм насадка для сорбционных трубок	ГОСТ 3956—54
Токоферола ацетат, Госфармакопея	

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 и электроаспиратора соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТом 12.1.019—79 и инструкцией по эксплуатации приборов.

5. Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений допускают лиц, имеющих квалификацию не ниже лаборанта-химика 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 ГОСТу 15150—69 при температуре воздуха (20 ± 5)° С, атмосферном давлении 630—800 мм рт. ст. и влажности воздуха не более 80 %.

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

7. Подготовка к выполнению измерений

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

7.1. Приготовление растворов

Исходный раствор токоферола ацетата для градуировки (с = 0,5 мг/см³). 12,5 мг вещества вносят в мерную колбу вместимостью 25 см³, доводят объем до метки гексаном и перемешивают. Срок хранения раствора 1 месяц в холодильнике.

7.2. Подготовка хроматографической колонки

Сухую и чистую хроматографическую колонку заполняют готовой насадкой с помощью вакуумного насоса, закрывают с обеих сторон тампонами из стекловаты и устанавливают в термостате хроматографа, не подключая к детектору. Колонку кондиционируют в токе газа-носителя с расходом 40 см³/мин, постепенно повышая температуру до 245 °С со скоростью 1 град/мин. При температуре 245 °С колонку выдерживают 4 часа. После охлаждения колонку подключают к детектору и записывают нулевую линию в рабочем режиме. При стабильной нулевой линии колонка готова к работе.

7.3. Подготовка сорбционных трубок

Силикагель кипятят в течение 1 часа с разведенной хлористоводородной кислотой (1 : 1). Кислоту сливают, силикагель промывают водой до нейтральной реакции, сушат и активируют в сушильном шкафу при температуре 150—200 °С в течение 2 часов. Сорбционные трубки тщательно моют, промывают дистиллированной водой, сушат и заполняют 50—80 мг силикагеля.

7.4. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают методом абсолютной градуировки по градуировочным растворам токоферола ацетата. Она выражает зависимость площади пика на хроматограмме (мм²) от количества токоферола ацетата (мкг) и строится по

7 сериям растворов для градуировки. Каждую серию, состоящую из 6 растворов готовят в мерных колбах вместимостью 25 см³. Для этого в каждую колбу вносят исходный раствор для градуировки в соответствии с табл. 1, доводят объем до метки гексаном и тщательно перемешивают.

Таблица 1

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентрации токоферола ацетата

Номер раствора	1	2	3	4	5	6	7
Объем исходного раствора (с = 0,5 мг/см³), см³	0	0,1	0,2	0,4	1,0	3,0	5,0
Количество токоферола ацетата в 2 мм³, мкг	0	0,004	0,008	0,016	0,04	0,12	0,2

2 мм³ каждого из градуировочных растворов вводят в испаритель хроматографа при следующих условиях:

температура термостата колонок	240 °С;
температура испарителя	270 °С;
расход газа-носителя (азота)	60 см³/мин;
расход водорода	40 см³/мин;
расход воздуха	400см³/мин;
скорость диаграммной ленты	200 мм/час;
чувствительность шкалы электрометра	$50 \cdot 10^{-12}$ А;
время удерживания: токоферола ацетата	10 мин 50 сек;
гексана	2 мин.

На полученной хроматограмме рассчитывают площади пиков токоферола ацетата и по средним значениям из 5 серий строят градуировочную характеристику.

7.5. Отбор проб

Отбор проб воздуха проводят согласно ГОСТу 17.2.3.01—86. Воздух со скоростью 1,5 дм³/мин аспирируют через сорбционную трубку в течение 30 минут. После отбора сорбционные трубки с двух сторон герметизируют стеклянными заглушками. Срок хранения пробы – 1 сутки в холодильнике.

8. Выполнение измерений

Сорбент из сорбционной трубки после отбора пробы переносят в пробирку с притертой пробкой и заливают 1 см³ гексана. Элюирование токоферола ацетата проводят при комнатной температуре в течение 5 мин при периодическом встряхивании. 2 мм³ элюата вводят в испаритель хроматографа и анализируют в условиях п. 7.4.

На хроматограмме рассчитывают площадь пика токоферола ацетата (мм²) и по градуировочной характеристике определяют его массу в пробе (мкг).

9. Вычисление результатов измерения

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

$$C = \frac{a \cdot V_2}{V_1 \cdot V_0}, \text{ где}$$

a – количество токоферола ацетата, найденное по градуировочной характеристике, мкг;

V_1 – объем элюата, взятый для анализа, мм³;

V_2 – общий объем элюата, мм³;

V_0 – объем протянутого воздуха, приведенный к нормальным условиям, дм³.

10. Оформление результатов измерений

Результаты измерений концентраций токоферола ацетата оформляют протоколом в виде: С, мг/м³ ± 20 % или С ± 0,20 С, мг/м³ с указанием даты проведения анализа, места отбора пробы, названия лаборатории, юридического адреса организации, ответственного исполнителя и руководителя лаборатории.

11. Контроль погрешности измерений

Контроль погрешности измерений содержания токоферола ацетата проводят на градуировочных растворах.

Рассчитывают среднее значение результатов измерений содержания токоферола ацетата в градуировочных растворах (мкг):

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

n – число измерений вещества в пробе градуировочного раствора;

C_i – результат измерения содержания вещества в i-ой пробе градуировочного раствора, мкг.

Рассчитывают среднее квадратичное отклонение результата измерения содержания вещества в градуировочном растворе:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}\left(C_i - \overline{C_i}\right)^2}{n-1}}$$

Рассчитывают доверительный интервал:

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

t – коэффициент нормированных отклонений, определяемых по табл. Стьюдента, при доверительной вероятности 0,95.

Относительную погрешность определения концентраций рассчитывают:

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

Если $\delta \leq 20\ \%$, то погрешность измерений удовлетворительная.

Если данное условие не выполняется, то выясняют причину и повторяют измерения.

Методические указания разработаны Н. П. Зиновьевой, А. В. Карташовой (НИИ экологии человека и гигиены окружающей среды им. А. Н. Сысина РАМН, г. Москва).

gost.e-ecolog.ru