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 4.1.1051—01
Дата введения: 1 октября 2001 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Газохроматографическое определение тиамина хлорида в воздухе

Методические указания

Настоящие методические указания устанавливают газохроматографическую методику количественного химического анализа воздуха для определения в нем содержания тиамина хлорида в диапазоне концентраций 0,0024—0,1 мг/м³.

$C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$ Мол. масса 337,27

Тиамин хлорид (витамин B_1) – белый кристаллический порошок, температура плавления 240—244 °С, гигроскопичен. Легко растворим в воде, трудно растворим в этаноле, не растворим в бензоле, эфире, хлороформе, ацетоне. В воздухе находится в виде аэрозоля.

Тиамин хлорид может вызывать дерматит, снижение обоняния. Ориентировочный безопасный уровень воздействия (ОБУВ) в атмосферном воздухе 0,003 мг/м³.

1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей ± 22 %, при доверительной вероятности 0,95.

2. Метод измерений

Измерение концентраций тиамина хлорида выполняют методом газовой хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием. Концентрирование аэрозоля тиамина хлорида из воздуха осуществляют улавливанием на фильтр с последующей экстракцией дистиллированной водой.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме – 0,02 мкг.

Определению не мешают органические соединения, находящиеся в воздухе в парообразном состоянии, а также сульгин, сульфодиметоксин, стрептоцид, папаверин, токоферола ацетат.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, материал, реактивы

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

3.1. Средства измерений

Газовый хроматограф с пламенно-ионизационным детектором	
Барометр-анероид М-67	ТУ 2504-1797—75
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104—80Е
Колбы мерные вместимостью 25 см³, 50 см³	ГОСТ 1770—74Е
Линейка измерительная	ГОСТ 17435—72
Лупа измерительная	ГОСТ 25706—83
Меры массы	ГОСТ 7328—82Е
Микрошприц МШ-10М	ТУ 2.833.106
Микропипетка вместимостью 0,2 см³	ГОСТ 25336—82
Пипетки вместимостью 1, 2, 5 см³	ГОСТ 25336—82
Секундомер	ГОСТ 5072—79
Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2	ГОСТ 215—73Е
Электроаспиратор	ОСТ 95—10052—84

3.2. Вспомогательные устройства

Хроматографическая колонка стеклянная длиной 1 м и внутренним диаметром 3 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

Чашки фарфоровые вместимостью 10 см³	ГОСТ 9147—73
Электроплитка	ГОСТ 14919—83
Фильтродержатель, изготовитель ВО «Изотоп»	

3.3. Материалы

Азот сжатый	ГОСТ 9293—74
Водород сжатый	ГОСТ 3022—80
Воздух сжатый	ГОСТ 11882—73
Фильтры аэрозольные АФА-ВП-20	ТУ 85—743—80
Стекловата	

3.4. Реактивы

Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72

Неподвижная жидкая фаза OV-17, нанесенная в количестве 3 % на инертон-супер, фр. 0,125—0,160 мм – готовая насадка для хроматографической колонки, производство Чехия
Тиамин хлорид, 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 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 инженера-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 газовом 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, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

7.1. Приготовление растворов

Исходный раствор тиамина хлорида для градуировки (с = 3,0 мг/см³). 0,15 г вещества вносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят объем до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Раствор стабилен в течение 1 недели при хранении 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, постепенно повышая температуру до 190 °С со скоростью 1 град/мин. При температуре 190°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. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают методом абсолютной градуировки на градуировочных растворах тиамина хлорида. Она выражает зависимость площади пика на хроматограмме (мм²) от количества тиамина хлорида (мкг) и строится по 5 сериям растворов для градуировки. Каждую серию, состоящую из 8-ми растворов, готовят в мерных колбах вместимостью 25 см³ с притертыми пробками. Для этого в каждую колбу вносят исходный раствор для градуировки в соответствии с табл. 1, доводят объем дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 1

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентрации тиамина хлорида

Номер раствора	1	2	3	4	5	6	7	8
Объем исходного раствора (с = 3,0 мг/см³), см³	0	0,25	0,5	1,25	2,5	3,75	5,0	10,0
Количество тиамина хлорида в 1 мм³, мкг	0	0,02	0,04	0,1	0,2	0,3	0,4	0,8

На чистые фильтры с обрезанными краями наносят по 0,2 см³каждого градуировочного раствора, что соответствует содержанию 0,006—0,012—0,030—0,060—0,090—0,120—0,240 мг тиамина хлорида. Фильтры помещают в фарфоровые чашки и сушат при комнатной температуре или при 50 °С в сушильном шкафу до сухого состояния. Затем фильтры обрабатывают 3 см³ дистиллированной воды, нагретой до 45 °С и выдерживают 10 мин слегка перемешивая. Фильтры отжимают стеклянной палочкой и извлекают из чашек, а экстракт медленно упаривают досуха при слабом нагревании на электроплитке. К сухому остатку добавляют 0,3 см³ дистиллированной воды, отбирают 1 мм³ полученного раствора и вводят в испаритель хроматографа при следующих условиях:

температура термостата колонок	180 °С;
температура испарителя	230 °С;
расход газа-носителя (азота)	35 см³/мин;
расход водорода	40 см³/мин;
расход воздуха	400 см³/мин;
скорость диаграммной ленты	240 мм/час;
чувствительность шкалы электрометра	1 10^{-10}А;
время удерживания: тиамин хлорид	2 мин 6 с;
вода	15 с.

На полученной хроматограмме рассчитывают площади пиков тиамина хлорида и по средним результатам из 5 серий строят градуировочную характеристику.

7.4. Отбор проб

Отбор проб воздуха проводят согласно ГОСТу 17.2.3.01—86.

Воздух со скоростью 70 дм³/мин аспирируют через фильтр АФА-ВП-20 в течение 30 мин. Срок хранения отобранных проб 1 неделя в холодильнике.

8. Выполнение измерений

Фильтр с отобранной пробой складывают, обрезают опрессованные края, помещают в фарфоровую чашку, заливают 3 см^3 дистиллированной воды, нагревают до 45 °С, затем проводят обработку и анализ пробы аналогично п. 7.3.

На полученной хроматограмме рассчитывают площадь пика тиамина хлорида (мм^2) и по градуировочной характеристике находят количество тиамина хлорида в пробе (мкг).

9. Вычисление результатов измерения

Концентрация тиамина хлорида в атмосферном воздухе (мг/м^3) вычисляют по формуле:

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

a – количество тиамина хлорида, найденное по градуировочной характеристике, мкг;

V_1 – объем водного экстракта, взятый для анализа, мм^3;

V_2 – общий объем водного экстракта, мм^3;

V_0 – объем отобранного воздуха, приведенный к нормальным условиям, дм^3.

10. Оформление результатов измерений

Результаты измерений концентраций тиамина хлорида оформляют протоколом в виде: С, мг/м^3 ± 22 % или С ± 0,22С мг/м^3 , 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 тиамина хлорида проводят на градуировочных растворах.

Рассчитывают среднее значение результатов измерений содержания тиамина хлорида в градуировочных растворах (мкг):

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

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 $\delta \le 22\ \%$, то погрешность измерений удовлетворительная.

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

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

gost.e-ecolog.ru