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 4.1.1049—01
Дата введения: 1 октября 2001 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Газохроматографическое определение пентафторэтана (хладона 125) в воздухе

Методические указания

Настоящие методические указания устанавливают газохроматографическую методику количественного химического анализа воздуха для определения в нем содержания пентафторэтана (хладона 125) в диапазоне концентраций 4,0—20,0 мг/м³.

C_2HF_5 Мол. масса 120,02

Пентафторэтан (хладон 125) – бесцветный газ. Температура плавления – 103,0 °С. В воздухе находится в виде газа.

$ПДК_{м.р.}$ в атмосферном воздухе 5,0 мг/м³, относится к 4 классу опасности.

1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей ± 12,27 %, при доверительной вероятности 0,95.

2. Метод измерения

Измерение концентраций хладона 125 выполняют газохроматографическим методом с пламенно-ионизационным детектирова-

нием. Концентрирование хладона 125 из воздуха проводят на твердый сорбент с последующей термодесорбцией.

Нижний предел измерения содержания хладона 125 в анализируемом объеме пробы 2 мкг.

Определению не мешают: фтордихлорметан (хладон 21), 1,1,2,2-тетрафтор-1-хлорэтан (хладон 124а), дифторметан (хладон 32).

3. Средства измерения, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

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

3.1. Средства измерений

Газовый хроматограф с пламенно-ионизационным детектором	
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104—80Е
Меры массы	ГОСТ 7328—82Е
Барометр-анероид М-67	ТУ 2504—1797—75
Термометр ТЛ-31-А с пределами измерения 0—300 °	ГОСТ 215—73Е
Термометр ТМ-8 с пределами измерения от –35 °С до +40 °С	ГОСТ 112—78Е
Газовая пипетка вместимостью 500 см³	ГОСТ 8503—57
Аспирационное устройство модель 822	ТУ 64—1—862—77
Шприцы стеклянные вместимостью 2, 100 см³	ГОСТ 25377—82

3.2. Вспомогательные устройства

Колонка хроматографическая стальная длиной 2 м, внутренним диаметром 3 мм	
Насос водоструйный	ГОСТ 10696—75
Программно-аппаратный комплекс «Мульти-Хром» для приема и обработки хроматографических пиков	
Сорбционная трубка из молибденового стекла длиной 500 мм диаметром 8 мм	
Электропечь трубчатая для микроанализа (СУОЛ-0,15, 1,4/12 МР)	

3.3. Материалы

Азот сжатый	ГОСТ 9293—74

Водород сжатый	ГОСТ 3022—80
Воздух сжатый	ГОСТ 17433—80
Стеклянные заглушки	
Стекловата или стекловолокно	ГОСТ 10176—74

3.4. Реактивы

Хладон 125, газ в баллонах
Насадка Porapak Q (80—100 mesh)
Молекулярные сита Molecular sieve 13 X (60—80 mesh)

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: подготовка хроматографической колонки, подготовка сорбционной трубки, приготовление градуировочной смеси, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

7.1. Подготовка хроматографической колонки

Стальную хроматографическую колонку после промывки и сушки заполняют насадкой Porapak Q при осторожном постукивании с помощью водоструйного насоса. Концы колонки закрывают тампоном из стекловаты и помещают ее в термостат хроматографа, не присоединяя к детектору, кондиционируют в течение 24 часов в потоке газа-носителя (азота) при температуре 180 °С. При отсутствии дрейфа нулевой линии колонка готова к работе.

7.2. Подготовка сорбционных трубок для концентрирования пробы воздуха

Сорбционные трубки для концентрирования промывают, высушивают в токе воздуха и заполняют молекулярными ситами 13Х. Концы трубок закрывают стеклянной ватой и кондиционируют в токе азота 2 часа при температуре 300 °С (обогрев электрической печью). При хранении концы трубок закрывают заглушками. Перед отбором проб воздуха проверяют чистоту трубок, подсоединяют к хроматографу и записывают контрольную хроматограмму. При отсутствии мешающих влияний трубки готовы к отбору проб.

7.3. Приготовление градуировочных газовоздушных смесей

Газовоздушные смеси хладона 125 готовят статическим способом. Для этого 1,85 см^3 хладона 125 вводят шприцом в вакуумированную газовую пипетку вместимостью 500 см^3, затем чистым воздухом выравнивают давление до атмосферного и рассчитывают содержание вещества в мкг/см^3. Исходная газовоздушная смесь содержит 10 мкг/см^3 хладона 125.

Рабочая газовоздушная смесь хладона 125 для градуировки (с = 0,1 мкг/см^3). 5 см^3 исходной газовоздушной смеси вводят в вакуумированную газовую пипетку вместимостью 500 см^3 и разбавляют чистым воздухом до атмосферного давления. Готовят перед использованием.

7.4. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают на градуировочных воздушных смесях хладон 125-воздух. Она выражает зависимость площади пика (мВ х с) от количества определяемого вещества (мкг) и строится по 5 сериям газовоздушных смесей для градуировки.

Для этого из рабочей газовоздушной смеси отбирают 20; 40; 60; 80; 100 $см^3$ смеси с помощью шприца и вводят в сорбционные трубки, заполненные насадкой. Затем сорбционные трубки, содержащие от 2,0 до 10,0 мкг хладона 125, подсоединяют к системе ввода проб в хроматограф, помещают в электрическую печь и выдерживают 2 минуты при 270 °С. С помощью крана-дозатора воздушные смеси вводят в хроматографическую колонку и анализируют в следующих условиях:

температура колонки	40 °С;
температура детектора	200 °С;
расход газа-носителя (азот)	30 $см^3$/мин;
расход водорода	30 $см^3$/мин;
расход воздуха	300 $см^3$/мин;
время удерживания хладона 125	8 минут.

На хроматограмме рассчитывают площади пиков хладона 125 и по средним значениям из 5 измерений устанавливают градуировочную характеристику.

Проверку градуировочного графика проводят 1 раз в неделю и при смене партии реактивов.

7.5. Отбор проб

Отбор проб воздуха проводят согласно ГОСТу 17.2.3.01—86.

Для определения разовой концентрации хладона 125 воздух со скоростью 0,1 $дм^3$/мин в течение 5 мин аспирируют через сорбционную трубку. По окончании отбора концы трубки закрывают заглушками.

Проба сохраняется не более 2 суток.

8. Выполнение измерений

Хроматограф выводят на режим, указанный в разделе 7.4. Трубку с отобранной пробой присоединяют к системе ввода проб в хроматограф, выдерживают 2 минуты в электрической печи при 270 °С и с помощью крана-дозатора вводят пробу с потоком газа-носителя (азота) в хроматографическую колонку.

На хроматограмме измеряют площади пиков хладона 125 и по средним результатам из трех измерений по градуировочной характеристике определяют содержание его в пробе (мкг).

9. Вычисление результатов измерений

Концентрацию хладона 125 в атмосферном воздухе (мг/м³) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{m}{V_o}, \text{ где}$$

m – масса хладона 125, найденная по градуировочной характеристике, мкг;

V_0 – объем пробы воздуха, взятый для анализа, приведенный к нормальным условиям, дм³.

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

V_t – объем пробы воздуха, дм³;

P – атмосферное давление при отборе пробы воздуха, мм рт. ст.;

t – температура воздуха в месте отбора пробы, °С.

10. Оформление результатов измерений

Результаты измерений концентраций пентафторэтана (хладона 125) оформляют протоколом в виде: С, мг/м³ ± 12,27 % или С ± 0,12С, 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 пентафторэтана проводят на градуировочных растворах.

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

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

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 $\delta \le 12{,}27\ \%$, то погрешность измерений удовлетворительная.

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

Методические указания разработаны Т. А. Кузнецовой, Г. В. Пшеничной, В. Ф. Апраксиным (НИИ гигиены, профпатологии и экологии человека МЗ РФ, г. С.-Петербург).

gost.e-ecolog.ru