

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

ББК 51.21

О60

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

ISBN 5—7508—0306—6

1. Подготовлен НИИ экологии человека и гигиены окружающей сре-
ды 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 сани-
тарным врачом Российской Федерации – Первым заместителем минист-
ра 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 60х88/16

Тираж 3000 экз.

Печ. л. 4,0

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.

$C_{31}H_{52}O_2$

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, тиамин хлорид (витамин В₁), 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 см ³ | 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 см ³ | ГОСТ 29169—91 |
| Пробирки с притертыми пробками | |
| вместимостью 5 см ³ | 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 | |
| длинной 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, Госфармакопед | |

4. Требования безопасности

4.1. При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работы с токсичными, едкими и легко-воспламеняющимися веществами по ГОСТу 12.1.005—88.

4.2. При выполнении измерений с использованием газового хроматографа и электроаспиратора соблюдают правила электро-безопасности 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 $(20 \pm 5)^\circ \text{C}$, 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 ($c = 0,5 \text{ мг/см}^3$). 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 ($c = 0,5 \text{ мг/см}^3$), см ³ | 0 | 0,1 | 0,2 | 0,4 | 1,0 | 3,0 | 5,0 |
| Количество токоферола ацетата в 2 мм ³ , 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 °C; |
| температура испарителя | 270 °C; |
| расход газа-носителя (азота) | 60 см ³ /мин; |
| расход водорода | 40 см ³ /мин; |
| расход воздуха | 400 см ³ /мин; |
| скорость диаграммной ленты | 200 мм/час; |
| чувствительность шкалы электрометра | $50 \cdot 10^{-12} \text{ А}$; |
| 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: C , мг/м³ \pm 20 % или $C \pm 0,20 C$, 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:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2}{n-1}}$$

Рассчитывают доверительный интервал:

$$\Delta \bar{C}_i = \frac{S}{\sqrt{n}} \cdot t, \text{ где}$$

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

Относительную погрешность определения концентраций рассчитывают:

$$\delta = \frac{\Delta \bar{C}_i}{\bar{C}_i} \cdot 100, \%$$

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).