

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 Климova Г. И., Ломанова Е. В.

Подписано в печать 31.01.02

Формат 60x88/16

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

МУК 4.1.1051—01

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 тиамин хлорида
в воздухе**

Методические указания

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



Мол. масса 337,27

Тиамин хлорид (витамин В1) – 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 тиамин хлорида выполняют методом газовой хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием. Концентрирование аэрозоля тиамин 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 сульфгин, 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 см ³ , 50 см ³	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 см ³	ГОСТ 25336—82
Пипетки вместимостью 1, 2, 5 см ³	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

МУК 4.1.1051—01

Чашки фарфоровые вместимостью 10 см ³	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, Госфармакопоя.	

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 ($c = 3,0 \text{ мг/см}^3$). 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.

Растворы для установления градуировочной характеристики
при определении концентрации тиамина хлорида

Номер раствора	1	2	3	4	5	6	7	8
Объем исходного раствора ($c = 3,0 \text{ мг/см}^3$), см^3	0	0,25	0,5	1,25	2,5	3,75	5,0	10,0
Количество тиамина хлорида в 1 мм^3 , $\mu\text{кг}$	0	0,02	0,04	0,1	0,2	0,3	0,4	0,8

На чистые фильтры с обрезанными краями наносят по $0,2 \text{ см}^3$ каждого градуировочного раствора, что соответствует содержанию $0,006—0,012—0,030—0,060—0,090—0,120—0,240 \text{ мг}$ тиамина хлорида. Фильтры помещают в фарфоровые чашки и сушат при комнатной температуре или при $50 \text{ }^\circ\text{C}$ в сушильном шкафу до сухого состояния. Затем фильтры обрабатывают 3 см^3 дистиллированной воды, нагретой до $45 \text{ }^\circ\text{C}$ 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 $0,3 \text{ см}^3$ дистиллированной воды, отбирают 1 мм^3 полученного раствора и вводят в испаритель хроматографа при следующих условиях:

температура термостата колонок	$180 \text{ }^\circ\text{C}$;
температура испарителя	$230 \text{ }^\circ\text{C}$;
расход газа-носителя (азота)	$35 \text{ см}^3/\text{мин}$;
расход водорода	$40 \text{ см}^3/\text{мин}$;
расход воздуха	$400 \text{ см}^3/\text{мин}$;
скорость диаграммной ленты	240 мм/час ;
чувствительность шкалы электрометра	$1 \cdot 10^{-10} \text{ А}$;
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 $70 \text{ дм}^3/\text{мин}$ 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 см³ дистиллированной воды, нагревают до 45 °С, затем проводят обработку и анализ пробы аналогично п. 7.3.

На полученной хроматограмме рассчитывают площадь пика тиамин хлорида (мм²) и по градуировочной характеристике находят количество тиамин хлорида в пробе (мкг).

9. Вычисление результатов измерения

Концентрация тиамин хлорида в атмосферном воздухе (мг/м³) вычисляют по формуле:

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

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

V_1 – объем водного экстракта, взятый для анализа, мм³;

V_2 – общий объем водного экстракта, мм³;

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

10. Оформление результатов измерений

Результаты измерений концентраций тиамин хлорида оформляют протоколом в виде: C , мг/м³ ± 22 % или $C \pm 0,22C$ 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 тиамин хлорида проводят на градуировочных растворах.

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

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

МУК 4.1.1051—01

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:

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

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:

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

Если $\delta \leq 22\%$, 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).