

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

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), диформетан (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 | ГОСТ 24104—80Е |
| Весы аналитические ВЛА-200 | ГОСТ 7328—82Е |
| Меры массы | ТУ 2504—1797—75 |
| Барометр-анероид М-67 | |
| 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 см ³ | ГОСТ 8503—57 |
| Аспирационное устройство модель 822 | ТУ 64—1—862—77 |
| Шприцы стеклянные вместимостью 2, 100 см ³ | 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 | |
| Электродержатель трубчатый для микроанализа (СУОЛ-0,15, 1,4/12 МР) | |

3.3. Материалы

| | |
|-------------|--------------|
| Азот сжатый | ГОСТ 9293—74 |
|-------------|--------------|

МУК 4.1.1049—01

| | |
|------------------------------|---------------|
| 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 легко воспламеняющимися 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 Рогарак 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 13X. Концы трубок закрывают стеклянной ватой и кондиционируют в токе азота 2 часа при температуре 300 °С (обогрев электрической печи). 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 газозвудушных смесей

Газозвудушные смеси хладона 125 готовят статическим способом. Для этого 1,85 см³ хладона 125 вводят шприцом в вакуумированную газовую пипетку вместимостью 500 см³, затем чистым воздухом выравнивают давление до атмосферного и рассчитывают содержание вещества в мкг/см³. Исходная газозвудушная смесь содержит 10 мкг/см³ хладона 125.

Рабочая газозвудушная смесь хладона 125 для градуировки ($c = 0,1 \text{ мкг/см}^3$). 5 см³ исходной газозвудушной смеси вводят в вакуумированную газовую пипетку вместимостью 500 см³ 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 × с) от количества определяемого вещества (мкг) и строится по 5 сериям газозвудушных смесей для градуировки.

Для этого из рабочей газовой смеси отбирают 20; 40; 60; 80; 100 см³ 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 дм³/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_o – 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: C , мг/м³ ± 12,27 % или $C \pm 0,12C$, 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:

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

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:

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

Если $\delta \leq 12,27\%$, 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).