

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 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 4.1.1052—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/м<sup>3</sup>.

$C_{31}H_{52}O_2$

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/м<sup>3</sup>.

**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 В<sub>1</sub>), 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 <sup>3</sup>	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 <sup>3</sup>	ГОСТ 29169—91
Пробирки с притертыми пробками вместимостью 5 см <sup>3</sup>	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 длиной 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, Госфармакопоя	

**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 электроасpirатора 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 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 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup>/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 (мм<sup>2</sup>) 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 см<sup>3</sup>. 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 (с = 0,5 мг/см <sup>3</sup> ), см <sup>3</sup>	0	0,1	0,2	0,4	1,0	3,0	5,0
Количество токоферола ацетата в 2 мм <sup>3</sup> , мкг	0	0,004	0,008	0,016	0,04	0,12	0,2

2 мм<sup>3</sup> каждого из градуировочных растворов вводят в испаритель хроматографа при следующих условиях:

температура термостата колонок	240 °С;
температура испарителя	270 °С;
расход газа-носителя (азота)	60 см <sup>3</sup> /мин;
расход водорода	40 см <sup>3</sup> /мин;
расход воздуха	400 см <sup>3</sup> /мин;
скорость диаграммной ленты	200 мм/час;
чувствительность шкалы электрометра	50 · 10 <sup>-12</sup> 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 дм<sup>3</sup>/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 см<sup>3</sup> гексана. Элюирование токоферола ацетата проводят при комнатной температуре в течение 5 мин при периодическом встряхивании. 2 мм<sup>3</sup> элюата вводят в испаритель хроматографа и анализируют в условиях п. 7.4.

На хроматограмме рассчитывают площадь пика токоферола ацетата (мм<sup>2</sup>) и по градуировочной характеристике определяют его массу в пробе (мкг).

### 9. Вычисление результатов измерения

Концентрацию токоферола ацетата в атмосферном воздухе (мг/м<sup>3</sup>) 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, мм<sup>3</sup>;

$V_2$  – общий объем элюата, мм<sup>3</sup>;

$V_0$  – объем протянутого воздуха, приведенный к нормальным условиям, дм<sup>3</sup>.

### 10. Оформление результатов измерений

Результаты измерений концентраций токоферола ацетата оформляют протоколом в виде:  $C$ , мг/м<sup>3</sup> ± 20 % или  $C \pm 0,20 C$ , мг/м<sup>3</sup> 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:

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

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  $\delta \leq 20 \%$ , 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).