

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 4.1.1051—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/м<sup>3</sup>.



Мол. масса 337,27

Тиамин хлорид (витамин В<sub>1</sub>) – 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/м<sup>3</sup>.

**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 сульгин, 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 <sup>3</sup> , 50 см <sup>3</sup>	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 <sup>3</sup>	ГОСТ 25336—82
Пипетки вместимостью 1, 2, 5 см <sup>3</sup>	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 <sup>3</sup>	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 легко воспламеняющимися веществами по ГОСТу 12.1.005—88.

4.2. При выполнении измерений с использованием 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 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  $(20 \pm 5)$  °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 см<sup>3</sup>, 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 (мм<sup>2</sup>) 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 см<sup>3</sup> 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 ( $c = 3,0 \text{ мг/см}^3$ ), $\text{см}^3$	0	0,25	0,5	1,25	2,5	3,75	5,0	10,0
Количество тиамина хлорида в $1 \text{ мм}^3$ , $\text{мкг}$	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  $3 \text{ см}^3$  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  $1 \text{ мм}^3$  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	$240 \text{ мм/час}$ ;
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 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, нагревают до 45 °С, затем проводят обработку и анализ пробы аналогично п. 7.3.

На полученной хроматограмме рассчитывают площадь пика тиамин хлорида (мм<sup>2</sup>) и по градуировочной характеристике находят количество тиамин хлорида в пробе (мкг).

## 9. Вычисление результатов измерения

Концентрация тиамин хлорида 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 тиамин хлорида, найденное по градуировочной характеристике, мкг;

$V_1$  – объем водного экстракта, взятый для анализа, мм<sup>3</sup>;

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

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

## 10. Оформление результатов измерений

Результаты измерений концентраций тиамин хлорида оформляют протоколом в виде:  $C$ , мг/м<sup>3</sup> ± 22 % или  $C \pm 0,22C$  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 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:

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

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).