

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 4.1.1049—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/м<sup>3</sup>.



Мол. масса 120,02

Пентафторэтан (хладон 125) – бесцветный газ. Температура плавления – 103,0 °С. В воздухе находится в виде газа.

ПДК<sub>м.р.</sub> в атмосферном воздухе 5,0 мг/м<sup>3</sup>, 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), дифторметан (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	
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104—80Е
Меры массы	ГОСТ 7328—82Е
Барометр-анероид М-67	ТУ 2504—1797—75
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 <sup>3</sup>	ГОСТ 8503—57
Аспирационное устройство модель 822	ТУ 64—1—862—77
Шприцы стеклянные вместимостью 2, 100 см <sup>3</sup>	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	
Электродпечь трубчатая 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 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  $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$ , 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 печью). 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 газоздушных смесей

Газоздушные смеси хладона 125 готовят статическим способом. Для этого 1,85 см<sup>3</sup> хладона 125 вводят шприцом в вакуумированную газовую пипетку вместимостью 500 см<sup>3</sup>, затем чистым воздухом выравнивают давление до атмосферного и рассчитывают содержание вещества в мкг/см<sup>3</sup>. Исходная газоздушная смесь содержит 10 мкг/см<sup>3</sup> хладона 125.

Рабочая газоздушная смесь хладона 125 для градуировки ( $c = 0,1$  мкг/см<sup>3</sup>). 5 см<sup>3</sup> исходной газоздушной смеси вводят в вакуумированную газовую пипетку вместимостью 500 см<sup>3</sup> 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 газоздушных смесей для градуировки.

Для этого из рабочей газовой смеси отбирают 20; 40; 60; 80; 100 см<sup>3</sup> 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 <sup>3</sup> /мин;
расход водорода	30 см <sup>3</sup> /мин;
расход воздуха	300 см <sup>3</sup> /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 дм<sup>3</sup>/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/м<sup>3</sup>) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{m}{V_0}, \text{ где}$$

$m$  – масса хладона 125, найденная по градуировочной характеристике, мкг;

$V_0$  – объем пробы воздуха, взятый для анализа, приведенный к нормальным условиям, дм<sup>3</sup>.

$$V_0 = \frac{V_t \cdot 273 \cdot P}{(273 + t) \cdot 760}, \text{ где}$$

$V_t$  – объем пробы воздуха, дм<sup>3</sup>;

$P$  – 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/м<sup>3</sup> ± 12,27% или  $C \pm 0,12C$ , 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 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).