

## **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 среды 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 санитарным врачом Российской Федерации – Первым заместителем министра 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

Печ. л. 4,0

Тираж 3000 экз.

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 4.1.1048а—01

Дата введения: 1 октября 2001 г.

#### 4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

##### Хромато-масс-спектрометрическое определение никотина в воздухе

###### Методические указания

---

Настоящие методические указания устанавливают количественный хромато-масс-спектрометрический анализ атмосферного воздуха или воздушной среды помещений жилых и общественных зданий для определения в нем содержания никотина в диапазоне концентраций 0,0002—0,004 мг/м<sup>3</sup>.

C<sub>10</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>

Мол. масса 162,23

Никотин представляет собой бесцветную жидкость с характерным раздражающим запахом. Плотность 1,01 г/см<sup>3</sup>. Температура кипения 247,3 °С. Растворяется во всех отношениях при температуре ниже 60 °С в воде, неограниченно в спирте и эфире, легко растворим в хлороформе и петролейном эфире. На воздухе окрашивается в коричневый цвет.

Никотин – сильный яд, действующий на центральную и периферическую нервную систему.

Предельно допустимая средне суточная концентрация в атмосферном воздухе никотина, содержащегося в пыли выбросов табачной фабрики, равна 0,0004 мг/м<sup>3</sup>, максимальная разовая концентрация – 0,0008 мг/м<sup>3</sup>, класс опасности – 4.

## 1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей  $\pm 23\%$ , при доверительной вероятности 0,95.

## 2. Метод измерений

Измерение концентраций никотина основано на концентрировании его из воздуха на адсорбент, экстракции диэтиловым эфиром, упаривании до органического масла, реэкстракции этанолом, газохроматографическом разделении на капиллярной колонке и количественном определении по индивидуальным характеристическим ионам.

Нижний предел измерения в объеме экстракта 0,002 мкг.

Определению не мешают другие классы органических соединений.

Продолжительность проведения хромато-масс-спектрометрического анализа 24 мин.

## 3. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы.

### 3.1. Средства измерений

Газовый хроматограф с масс-селективным детектором

Программное обеспечение HPG 1034

MS Chem Station (серия DOS)

Библиотека NBS 54

Весы аналитические ВЛА-200

ГОСТ 24104—80Е

Меры массы

ГОСТ 7328—82Е

Микрошприц МШ-10М

ГОСТ 8043—75

Барометр-анероид М-67

ТУ 2504—1797—75

Термометр лабораторный

ГОСТ 215—73Е

шкальный ТЛ-2

ГОСТы 1770—74Е,

Посуда стеклянная лабораторная

29169—91

Электроаспиратор ПУ-2 Эп

### 3.2. Вспомогательные устройства

Колонка кварцевая капиллярная  
хроматографическая длиной 30 м  
внутренним диаметром 0,25 мм с

## **МУК 4.1.1048а—01**

**неподвижной фазой метилполисилоксаном  
с 5 % фенильных групп (HP-5MS)**

**Трубы сорбционные из молибденового стекла  
длиной 80 мм внутренним диаметром 1 мм**

**Баня водяная**

**ТУ 61—1—721—79**

**Дистиллятор**

**Микрососуды стеклянные с узким  
коническим дном типа**

**Microvial фирмы Хьюлетт-Паккард**

**Шкаф сушильный электрический типа 2В-151**

**Эксикатор**

### **3.3. Материалы**

**Гелий газообразный марки А**

**ТУ 51—940—80**

**Заглушки из фторопласта или**

**силиконовый шланг со стеклянными пробками**

**Мешочки для активированного угля марлевые**

**Стекловата, промытая**

### **3.4. Реактивы**

**Активированный уголь любой марки**

**Силикагель КСК, крупнозернистый**

**Никотин, х. ч., Schuchardt (ФРГ)**

**Силохром С-120,**

**фракция 0,2—0,355 мм**

**ТУ 6—09—17—48—82**

**Эфир диэтиловый, стабилизированный,**

**Госфакопея**

**Натрий гидроксид, х. ч.**

**ГОСТ 4328—77**

**Вода дистиллированная**

**ГОСТ 6709—77**

**Этанол, х. ч.**

**ТУ 6—09—1710—77**

## **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 и ГОСТу 12.1.007—76.**

**4.2. При выполнении измерений концентраций никотина с использованием хромато-масс-спектрометра и электроаспиратора следует соблюдать правила электробезопасности в соответствии с ГОСТом 12.1.019—79 и инструкцией по эксплуатации приборов.**

4.3. Диэтиловый эфир и этанол являются наркотиками и при работе с ними следует соблюдать меры безопасности в соответствии с ГОСТом 12.1.007—76.

### 5. Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке их результатов на хромато-масс-спектрометре допускают лиц, имеющих квалификационную группу по работе на установках с высоким напряжением не ниже четвертой, прошедших соответствующий курс обучения и знающих устройство и правила эксплуатации прибора.

### 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 хромато-масс-спектрометре проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору и настоящими методическими указаниями.

### 7. Подготовка к выполнению измерений и проведение измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: подготовку сорбента, приготовление растворов, подготовку хроматографической колонки и сорбционных трубок, подготовку стекловаты, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

#### 7.1. Подготовка сорбента

Сорбент силохром С-120 промывают тремя порциями этанола и прогревают в сушильном шкафу при  $200^\circ\text{C}$  в течение 4 ч. После охлаждения готовый сорбент помещают в склянку с хорошо притертой стеклянной пробкой и хранят в промытом и тщательно высушенном эксикаторе, на дно которого насыпан слой сухого силикагеля КСК, а по бокам расположены марлевые мешочки с активированным углем.

#### 7.2. Приготовление растворов

Исходный раствор никотина для градуировки ( $c = 1 \text{ мг}/\text{см}^3$ ). Навеску никотина в количестве 100 мг вносят в мерную колбу вместе

## МУК 4.1.1048а—01

мостью 100 см<sup>3</sup>, приливают этанол до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения исходного раствора – 30 дней в холодильнике.

*Рабочий раствор никотина (с = 0,02 мг/см<sup>3</sup>).* 2 см<sup>3</sup> исходного раствора никотина вносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают этанол до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения рабочего раствора – 10 дней в холодильнике.

*Гидроксид натрия, 1%-ный раствор.* 1 г гидроксида натрия растворяют в дистиллированной воде. Объем доводят до 100 см<sup>3</sup>.

### 7.3. Подготовка хроматографической колонки

Кварцевую капиллярную колонку предварительно кондиционируют, нагревая в термостате хроматографа ступенчато с 70 до 270 °С в течение 2 ч, и выдерживают при 270 °С в течение 4 ч. По охлаждении термостата хроматографа до комнатной температуры выход колонки подсоединяют к устройству сопряжения с масс-спектрометром. Записывают нулевую линию при параметрах проведения хроматографического анализа. При отсутствии флюктуаций приступают к работе.

### 7.4. Подготовка сорбционных трубок

Сорбционные трубы готовят непосредственно перед отбором проб или установлением градуировочной характеристики. В трубку помещают 0,1 г силохрома С-120, закрепляют стекловолокном и закрывают тефлоновыми заглушками или силиконовым шлангом со стеклянными пробками.

### 7.5. Подготовка стекловаты

Стекловату промывают 1%-ным раствором гидроксида натрия, дистиллированной водой и высушивают в сушильном шкафу при 100 °С.

### 7.6. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают на градуировочных растворах никотина. Она выражает зависимость суммарной площади пиков индивидуальных характеристических ионов никотина (безразмерные компьютерные единицы) от его количества в мкг и строится по 5 сериям растворов для градуировки.

Каждую серию, состоящую из 7 растворов, готовят в мерных колбах вместимостью 25 см<sup>3</sup>. Для этого в каждую колбу вносят пипеткой рабочий раствор никотина в соответствии с табл. 1, приливают этанол до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 1

**Растворы для установления градуировочной характеристики  
при определении концентраций никотина**

Номер раствора	1	2	3	4	5	6	7
Объем рабочего раствора никотина ( $c = 0,02 \text{ мг}/\text{см}^3$ ), $\text{см}^3$	0	1,25	2,5	6,25	12,50	18,75	25,0
Концентрация никотина, $\mu\text{г}/\text{см}^3$	0	1,0	2,0	5,0	10,0	15,0	20,0
Содержание никотина в $2 \text{ мм}^3$ , $\mu\text{г}$	0	0,002	0,004	0,01	0,02	0,03	0,04

При построении градуировочной характеристики в сорбционную трубку, предварительно вынув стекловату, на силохром С-120 микрошлицием наносят  $2 \text{ мм}^3$  градуированного раствора, закрывают стекловатой и с другого конца трубы приливают по каплям  $1,5 \text{ см}^3$  диэтилового эфира. Элюят, содержащий никотин собирают в микрососуд с узким коническим дном и упаривают эфир на водяной бане при  $45^\circ\text{C}$ . Остаток растворяют в  $2 \text{ мм}^3$  этанола и  $2 \text{ мм}^3$  экстракта анализируют на газовом хроматографе с масс-селективным детектором.

Условия проведения хромато-масс-спектрометрического анализа:  
 температура испарителя  $220^\circ\text{C}$ ;  
 температура хроматографической колонки  
 в течение 2 мин  $100^\circ\text{C}$ ;  
 затем нагрев со скоростью  $5^\circ\text{C}/\text{мин}$  до  $210^\circ\text{C}$ ;  
 общее время анализа  $24 \text{ мин}$ ;  
 время удерживания никотина  $11,65 \text{ мин}$ ;  
 время задержки деления потока газа-носителя  
 при вводе пробы  $0,75 \text{ мин}$ .

Масс-спектры электронного удара органических соединений получают при энергии ионизирующих электронов 70 эВ и температуре масс-селективного детектора  $172^\circ\text{C}$ . Диапазон сканирования масс: 84, 133, 161, 162, 163  $m/z$ . Число сканирований в секунду 1,2, число выборок 2, напряжение на электронном умножителе 1635 в, ток эмиссии 50  $\mu\text{А}$ .

На полученной хроматограмме рассчитывают площадь пика никотина и по результатам анализа 5 серий строят градуировочную характеристику никотина. Градуировку проверяют 1 раз в полгода.

### 7.7. Отбор проб

Отбор проб воздуха проводят согласно ГОСТу 17.2.3.01—86. Воздух аспирируют с помощью электроаспиратора через сорбционную трубку со скоростью 0,4 дм<sup>3</sup>/мин в течение 25 мин. Объем отобранного воздуха 10 дм<sup>3</sup>. Трубки с отобранными пробами закрывают заглушками. Срок хранения отобранных проб не более 1 суток в холодильнике.

## 8. Выполнение измерений

Никотин, сконцентрированный на сорбенте, элюируют пропусканием через сорбционную трубку 1,5 см<sup>3</sup> диэтилового эфира в направлении, противоположном протягиванию воздуха. Элюат собирают в микрососуд с узким коническим дном и упаривают эфир на водяной бане при 45 °С. К остатку добавляют 2 мм<sup>3</sup> этанола и 2 мм<sup>3</sup> экстракта анализируют на газовом хроматографе с масс-селективным детектором в условиях, описанных в п. 7.6.

Рассчитывают суммарную площадь пика никотина и по градуировочной характеристике определяют его массу в пробе.

## 9. Вычисление результатов измерений

Концентрацию никотина в атмосферном воздухе (мг/м<sup>3</sup>) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{m}{V_0}, \text{ где}$$

$m$  – масса никотина, найденная по градуировочной характеристике, мкг;

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

## 10. Оформление результатов измерений

Результаты измерений концентраций никотина оформляют протоколом в виде: С, мг/м<sup>3</sup> ± 23 % или С ± 0,23С, 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 никотина проводят на градуировочных растворах.

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

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

$n$  – 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 таблицам Стьюдента, при доверительной вероятности 0,95.

Относительную погрешность определения концентраций рассчитывают:

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

Если  $\delta \leq 23\%$ , то погрешность измерений удовлетворительная.

Если данное условие не выполняется, то выясняют причину и повторяют измерения.

Методические указания разработаны А. Г. Малышевой, А. А. Беззубовым, Е. Г. Растворниковым, И. В. Баевой, И. К. Остапович (НИИ экологии человека и гигиены окружающей среды им. А. Н. Сысина РАМН, г. Москва).