

**Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей
и благополучия человека**

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Измерение концентраций вредных веществ
в воздухе рабочей зоны**

**Сборник методических указаний
МУК 4.1.2243—4.1.2259—07**

Выпуск 49

ББК 51.21

ИЗ7

ИЗ7 **Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны: Сборник методических указаний.**—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009.—224 с.

1. Подготовлены: ГУ НИИ медицины труда РАМН (Л. Г. Макеева – руководитель, Г. В. Муравьева, Е. М. Малинина, Е. Н. Грицун, Н. Л. Гришечко, Г. Ф. Громова).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол № 2 от 21.06.2007).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко.

4. Введены впервые.

ББК 51.21

Технический редактор Г. И. Климова

Подписано в печать 19.11.09

Формат 60x88/16

Тираж 500 экз.

Печ. л. 14,0
Заказ

Федеральная служба по надзору
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18, стр. 5,7

Оригинал-макет подготовлен к печати
отделом издательского обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Отделение реализации, тел./факс 952-50-89

© Роспотребнадзор, 2009

© Федеральный центр гигиены и
эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009

Содержание

| | |
|--|-----|
| Введение..... | 5 |
| Измерение массовых концентраций бенз(а)пирена в воздухе рабочей зоны спектрально-флуоресцентным методом: МУК 4.1.2243—07..... | 6 |
| Измерение массовых концентраций 2-бензил-4-хлорфенола (БХФ) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии: МУК 4.1.2244—07..... | 30 |
| Измерение массовых концентраций 2-[4-(1,3-бензодиоксол-5-илметил)-1-пиперазинил]пиримидина (ПИРИБЕДИЛ) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2245—07..... | 43 |
| Измерение массовых концентраций 3-[3-(1,1'-бифенил)-4-ил-1,2,3,4-тетрагидро-1-нафтalenил]-4-гидрокси-N-1-бензопиран-2-она (дифенакум) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ): МУК 4.1.2246—07..... | 53 |
| Измерение массовых концентраций N-[[гексагидроциклопента[с]пиррол-2(1H)-ил]амино]карбонил]-4-метилбензенсульфонамида (ГЛИКЛАЗИД) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ): МУК 4.1.2247—07..... | 63 |
| Измерение массовых концентраций 3-(аминосульфонил)-4-хлор-N-(2,3-дигидро-2-метил-1H-индол-1-ил)бензамида (ИНДАПАМИД) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2248—07..... | 74 |
| Измерение массовых концентраций 2-фенилфенола (4-фенилгидроксибензола, орто-фенилфенола, ФФ) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии: МУК 4.1.2249—07..... | 84 |
| Измерение массовых концентраций (±)-дис-1-Ацетил-4-[4-[2-(2,4-дихлорфенил)-2-(1H-имидазол-1-илметил)-1,3-диоксолан-4-ил]метокси]фенил]пиперазина (КЕТОКОНАЗОЛ) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2250—07..... | 97 |
| Измерение массовых концентраций тетракарбонила никеля (ТКН) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии: МУК 4.1.2251—07..... | 112 |
| Измерение массовых концентраций суммы стероидных сапонинов Юкки Шидигера в воздухе рабочей зоны методом хромато-масс-спектрометрии: МУК 4.1.2252—07..... | 130 |
| Измерение массовых концентраций (±)-N-метил-гамма-[4-(трифторметил) фенокси] бензолпропанамина гидрохлорида (флуоксетин) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2253—07..... | 146 |

МУК 4.1.2243—4.1.2259—07

| | |
|--|-----|
| Измерение массовых концентраций поли-1,4β-О-ацетатбутаноат-Д-пиранозил-Д-глокопиранозы (АЦЕТОБУТИРАТ ЦЕЛЛЮЛОЗЫ) спектрофотометрическим методом в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.2254—07 | 156 |
| Измерение массовых концентраций N-[2-[(2,6-диметилфенил)амино]-2-оксоэтил]-N,N-диэтил-бензолметанаминийбензоата (бензилдиэтил ((2,6-ксилилкарбомил)-метил)аммоний бензоата, денатония бензоата, битрекса) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2255—07 | 166 |
| Измерение массовых концентраций диметилсульфоксида (ДМСО) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии: МУК 4.1.2256—07 | 179 |
| Измерение массовых концентраций 2-(диметиламино)этанола (N,N-диметиламиноэтаноламина), 1,4-дизабцикло [2,2,2]октана (триэтилендиамина) и 2-аминоэтанола (этаноломина) при совместном присутствии их в воздухе рабочей зоны газохроматографическим методом: МУК 4.1.2257—07 | 190 |
| Измерение массовых концентраций ди-(2-гидроксиэтил)-амина (диэтаноломина) методом газовой хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.2258—07 | 205 |
| Измерение массовых концентраций 3-изотиоцианатпроп-1ена (2-пропенилизотиоцианат, горчичное масло) методом спектрофотометрии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.2259—07 | 215 |

Введение

Сборник Методических указаний «Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны (выпуск 49) разработан с целью обеспечения контроля соответствия фактических концентраций вредных веществ их предельно допустимым концентрациям (ПДК) и ориентировочным безопасным уровням воздействия (ОБУВ) и является обязательным при осуществлении санитарного контроля.

Включенные в данный сборник методические указания по контролю вредных веществ в воздухе рабочей зоны разработаны и подготовлены в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005-88 ССБТ «Воздух рабочей зоны. Общие санитарно-гигиенические требования», ГОСТ Р 8.563-96 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений», ГОСТ Р ИСО 5725-(части 1-6) «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

Методики выполнены с использованием современных методов исследования, метрологически аттестованы и дают возможность контролировать концентрации химических веществ на уровне и ниже их ПДК и ОБУВ в воздухе рабочей зоны, установленных в гигиенических нормативах ГН 2.2.5.1313-03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны» и ГН 2.2.5.1314-03 «Ориентировочные безопасные уровни воздействия (ОБУВ) вредных веществ в воздухе рабочей зоны» и дополнениях к ним.

Методические указания по измерению массовых концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны предназначены для центров Госсанэпиднадзора, санитарных лабораторий промышленных предприятий при осуществлении контроля за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны, а также научно-исследовательских институтов и других заинтересованных министерств и ведомств.

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации

Г. Г. Онищенко

17 августа 2007 г.

Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Измерение массовых концентраций
2-(диметиламино)этанола (N,N-диметилэтанолamina),
1,4-диазабицикло [2,2,2]октана (триэтилендиаминa)
и 2-аминоэтанола (этанолamina) при совместном
присутствии их в воздухе рабочей зоны
газохроматографическим методом**

**Методические указания
МУК 4.1.2257—07**

1. Область применения

Настоящие методические указания устанавливают методику количественного химического анализа воздуха рабочей зоны для определения в нем диметилэтанолamina, триэтилендиаминa и этанолamina методом газовой хроматографии в диапазоне массовых концентраций 1—50 мг/м³, 0,5—10 мг/м³ и 0,25—5 мг/м³, соответственно.

2. Характеристика вещества

Структурная и эмпирическая формулы, молекулярная масса, регистрационный номер CAS и физико-химические свойства определяемых веществ (п. 2.1.—2.5) представлены в табл. 1.

Таблица 1

Структурная и эмпирическая формулы, молекулярная масса, регистрационный номер CAS и физико-химические свойства определяемых веществ

| Структурная и эмпирическая формулы | Молекулярная масса | CAS | Физико-химические свойства | | | |
|---|--------------------|----------|--|------------------------|----------------------------------|--------------------------------|
| | | | Агрегатное состояние | T _{кип.} (°C) | Растворимость | Агрегатное состояние в воздухе |
| <p>N,N-Диметилэтаноламин</p> $ \begin{array}{c} \text{H} \quad \text{H} \\ \quad \\ \text{H}-\text{O}-\text{C}-\text{C}-\text{N} \\ \quad \quad \diagup \quad \diagdown \\ \text{H} \quad \text{H} \quad \text{CH}_3 \quad \text{CH}_3 \end{array} $ <p>C₄H₁₁NO</p> | 89,14 | 108-01-0 | Бесцветная жидкость | 135 | Вода, этанол, ацетон, бензол | Пары |
| <p>Триэтилендиамин</p> $ \begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_4 \\ \diagdown \quad \diagup \\ \text{N}-\text{C}_2\text{H}_4-\text{N} \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{C}_2\text{H}_4 \end{array} $ <p>C₆H₁₂N₂</p> | 112,18 | 280-57-9 | Белый кристаллический порошок | 174 | Вода, этанол, бензол, этилацетат | Пары |
| <p>Этаноламин</p> $ \begin{array}{c} \text{H} \quad \text{H} \\ \quad \\ \text{HO}-\text{C}-\text{C}-\text{N} \\ \quad \quad \diagup \quad \diagdown \\ \text{H} \quad \text{H} \quad \text{H} \quad \text{H} \end{array} $ <p>C₂H₇NO</p> | 61,08 | 141-43-5 | Бесцветная вязкая, гигроскопическая жидкость | 171 | Вода, этанол | Пары, аэрозоль |

2.6. Токсикологическая характеристика

Токсическое действие аминспиртов характеризуется в основном поражением центральной нервной системы.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) в воздухе рабочей зоны N,N-диметилэтанолamina -5 мг/м³, класс опасности 3, этаноламина – 0,5 мг/м³, класс опасности 2.

Триэтилендиамин – соединение со слабо выраженными кумулятивными свойствами. Наиболее поражаемыми являются нервная система, печень. При нанесении на кожу вызывает местные и резорбтивные раздражения.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) триэтилендиамина в воздухе рабочей зоны – 1 мг/м³, класс опасности 2.

3. Метрологические характеристики

Настоящая методика обеспечивает получение результатов анализа с погрешностями, не превышающими значений, приведенных в табл. 2

Таблица 2

Приписанные характеристики погрешности МВИ и ее составляющих при доверительной вероятности 0,95

| Определяемый компонент | Диапазон анализируемых массовых концентраций компонента, мг/м ³ | Показатель повторяемости (среднего квадратического отклонения повторяемости), $\sigma_r(\Delta)$, %отн. | Показатель воспроизводимости (среднего квадратического отклонения воспроизводимости), $\sigma_R(\Delta)$, %отн. | Показатель правильности (границы, в которых находится неисключенная систематическая погрешность методики), $\pm\Delta_c$, % отн. | Показатель точности (P = 0,95), $\pm\Delta$, % отн. |
|--|--|--|--|---|--|
| 2-(диметиламино) этанол (N,N-Диметилэтаноламин) | От 1,0 до 50 | 3,0 | 3,4 | 19 | 20 |
| 1,4-диазабисцикло[2,2,2] октан (Триэтилендиамин) | От 0,5 до 10 | 3,9 | 4,4 | 19 | 21 |
| 2-аминоэтанол (Этаноламин) | От 0,25 до 5,0 | 3,3 | 3,5 | 21 | 22 |

4. Метод измерений

Измерение массовых концентраций N,N-диметилэтанолamina, триэтилендиамина, этанолamina выполняют методом газожидкостной хроматографии.

Отбор проб проводят с концентрированием в поглотительный прибор, заполненный поглотительным раствором.

Определение N,N-диметилэтанолamina и триэтилендиамина основано на обработке аликвоты поглотительного раствора гидроксидом калия в герметичном сосуде с последующим хроматографическим анализом газовой фазы с применением термоионного детектора.

Нижний предел измерения концентраций триэтилендиамина в анализируемом растворе 0,5 мкг/см³, N,N-диметилэтанолamina – 1 мкг/см³.

Нижний предел измерения массовых концентраций триэтилендиамина в воздухе 0,5 мг/м³, N,N-диметилэтанолamina 1 мг/м³ (при отборе 6 дм³ воздуха). Определению не мешают углеводороды, этиленгликоль, толуилنديизоцианат, этанолamin.

Определение этанолamina основано на обработке аликвоты поглотительного раствора гидроксидом натрия, экстракции толуолом, получении с помощью пентафторпропионового ангидрида продукта взаимодействия – амида и хроматографировании последнего с электроннозахватным детектором.

Нижний предел измерения концентрации этанолamina в анализируемом растворе составляет 0,25 мкг/см³.

Нижний предел измерения массовых концентраций этанолamina в воздухе 0,25 мг/м³ (при отборе 6 дм³ воздуха).

Триэтилендиамин, N,N-диметилэтанолamin, углеводороды и толуилنديизоцианат не мешают определению.

5. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

5.1. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

Хроматограф лабораторный газовый «Цвет-500», оборудованный термоионным и электроннозахватным детекторами

Весы лабораторные ВЛР-200 с ценой деления

± 0,1 мг

Гири

Секундомер

ГОСТ 24104—2001

ГОСТ 7328—2001

ТУ 25-1894.003—90

| | |
|---|-------------------------------|
| Система обработки хроматографической информации «Полихром», ТОО «Инфохром», г. Москва | ТУ 25-7473-0009—94 |
| Колбы мерные 2-25-2, 2-100-2, 2-1000-2 | ГОСТ 1770—74 |
| Пенициллиновые флаконы вместимостью 16 см ³ с резиновыми пробками, фторпластовыми прокладками и алюминевыми колпачками | |
| Пресс для обжима колпачков на флаконе | ТУ 42-2-2442—73 |
| Низкотемпературная лабораторная электропечь SNOL 67/350 | |
| Изделие соответствует требованиям директивы электромагнитной со вместимости 89/336/ЕЕС Европейского Союза. | |
| Устройство для перегонки | ГОСТ 25336—82 |
| Чашка выпарительная вместимостью 100 см ³ | ГОСТ 25336—82 |
| Пипетки 1-1-2-1; 1-1-2-2; 1-1-2-5; 1-1-2-10 | ГОСТ 29227—91 |
| Микрошприц МШ-10 | ГОСТ 8043—74 |
| Шприц медицинский стеклянный с поршнем с силиконовой прокладкой, вместимостью 1см ³ | ТУ 64-1-789—83 |
| Колонки хроматографические стеклянные 100 х 0,3 см | ГОСТ 16285—80 |
| Воронка делительная ВД-3-10 | ГОСТ 25336—82 |
| Пробирки П- 4-1-10/19, и П-1-10-0,1 ХС | ГОСТ 25336—82 ГОСТ 1770—74 |
| Стекловолокно | ГОСТ 10146—79 |
| Поглотительные приборы с пористой пластинкой | ТУ 25-11-1081—75 |
| Аспирационное устройство, ПУ-2Э | ТУ 4215-000-11696625—2003 |
| Дистиллятор | ТУ 61-1-721—79 |
| Насос водоструйный вакуумный | ГОСТ 10696—75 |

5.2. Реактивы

| | |
|--|-----------------|
| Этаноламин, МСО 0046-1993, с концентрацией 1 мг/см ³ | |
| N,N-Диметилэтаноламин, с содержанием основного вещества 99,4 % | ТУ 6-02-1086—91 |
| Триэтилендиамин, с содержанием основного вещества 97 % | ТУ 6-09-4234—77 |

| | |
|---|-------------------|
| Гидроксид натрия, х.ч., насыщенный водный раствор | ГОСТ 4328—77 |
| Кислота соляная, хч | ГОСТ 3118—77 |
| Кислота уксусная, хч | ГОСТ 61—75 |
| Пентафторпропионовый ангидрид (пр-во Англия, Laccaster) | |
| Толуол, чда | ГОСТ 5789—78 |
| Хлороформ, хч | ГОСТ 215—74 |
| Ацетон, хч | ГОСТ 2603—71 |
| Спирт этиловый (этанол), ректифицированный | ГОСТ Р 51652—2000 |
| Вода дистиллированная | ГОСТ 6709—72 |
| Дигидрофосфат калия, хч | ГОСТ 4198—75 |
| Гидрофосфат натрия, хч | ГОСТ 4172—76 |
| Серноокислый натрий, безводный, ч | ГОСТ 4166—76 |
| Гидроксид калия, чда | ГОСТ 14262—78 |
| Насадки для хроматографических колонок: № 1 – 5 % OV-17 на Инертоне Супер (0,125—0,16 мм), № 2 – 5 % Carbowax 20М и 5 % гидроксид калия на Хроматоне N-AW-HMDS (0,25—0,315 мм) | |
| Азот особой чистоты газообразный, МРТУ 6-02-375—66, водород технический марки А | ГОСТ 9297—74 |
| воздух сжатый, класс 7, в баллонах с редукторами | ГОСТ 3022—89 |

Примечание: Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств, материалов и реактивов по метрологическим характеристикам и качеству не хуже указанных в данном разделе.

6. Требования безопасности

6.1. При работе с химическими реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работы с токсическими, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.005—88.

6.2. При работе с легковоспламеняющимися веществами необходимо соблюдать меры противопожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004—91 и иметь средства пожаротушения, ГОСТ 12.4.009—90.

6.3. При выполнении измерений с использованием газового хроматографа соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019—79 и инструкцией по эксплуатации приборов.

6.4. При работе со сжатыми газами необходимо соблюдать «Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под

давлением», утвержденные постановлением Госгортехнадзора России № 91 от 11.06.2003 и ГОСТ 12.2.085—2002. Запрещается открывать вентиль баллона, не установив на нем понижающий редуктор.

7. Требования к квалификации оператора

К работе по выполнению измерений и обработке результатов допускают лиц со специальным химическим образованием, имеющих навыки работы в химической лаборатории и на газовом хроматографе.

8. Условия измерений

8.1. При проведении измерений в лаборатории должны быть выполнены следующие условия:

температура воздуха (20 ± 5) °С

атмосферное давление 84—106 кПа

относительная влажность воздуха от 30 до 80 %.

8.2. Выполнение измерений на газовом хроматографе проводят при следующих условиях:

– напряжение питания 220 (+22—33) В

частота переменного тока (50 ± 1) Гц

8.3. Порядок подключения лабораторного хроматографа производится согласно технической документации на хроматограф.

9. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: приготовление растворов, подготовку хроматографических колонок, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

9.1. Приготовление растворов

9.1.1. Гидроксид калия 5 % раствор. 3,16 г гидроксида калия растворяют в 60 см³ этилового спирта.

9.1.2. Carbowax 20М 5 % раствор. 3,16 г Carbowax 20М растворяют в 60 см³ хлороформа.

9.1.3. Поглотительный раствор.

К 100 см³ дистиллированной воды приливают 22 см³ уксусной и 35 см³ соляной кислот и до 1 дм³ доводят дистиллированной водой.

9.1.4. Дигидрофосфат калия, 9 % раствор.

Дигидрофосфат калия перекристаллизовывают из водного раствора и высушивают при 110—120 °С, затем растворяют 9 г в 91,0 см³ дистиллированной воды.

9.1.5. Гидрофосфат натрия, 12 % раствор.

Гидрофосфат натрия перекристаллизовывают из водного раствора и высушивают при 35 °С. Затем растворяют 12 г в 88 см³ дистиллированной воды.

9.1.6. Фосфатнокислый буферный раствор pH 7.

Готовят смешением 39 см³ раствора дигидрофосфата калия и 61 см³ гидрофосфата натрия.

9.1.7. Исходный стандартный раствор N,N-диметилэтанолamina № 1.

В предварительно взвешенную мерную колбу вместимостью 25 см³ с 10 см³ поглотительного раствора вносят 1—2 капли N,N-диметилэтанолamina, проводят повторное взвешивание и доводят до метки поглотительным раствором. По разности весов вычисляют концентрацию вещества в растворе (мкг/см³). Раствор устойчив 15 суток в холодильнике.

9.1.8. Рабочий стандартный раствор N,N-диметилэтанолamina № 2, с концентрацией 100 мкг/см³.

Готовят разбавлением стандартного раствора № 1 поглотительным раствором. Раствор устойчив 5 суток в холодильнике.

9.1.9. Исходный стандартный раствор триэтилендиамина № 1, с концентрацией 1000 мкг/см³.

В предварительно взвешенную мерную колбу вместимостью 25 см³ с 10 см³ поглотительного раствора вносят 25 мг вещества, проводят повторное взвешивание, доводят до метки поглотительным раствором. Раствор устойчив 15 суток в холодильнике.

9.1.10. Рабочий стандартный раствор триэтилендиамина № 2, с концентрацией 100 мкг/см³.

В мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят 10 см³ раствора триэтилендиамина № 1 и доводят до метки поглотительным раствором. Раствор устойчив 5 суток в холодильнике.

9.1.11. Стандартный раствор этаноламина, с концентрацией 100 мкг/см³.

В мерную колбу вместимостью 25 см³ вносят 2,5 см³ этаноламина (1 мг/см³) и доводят до метки поглотительным раствором. Раствор устойчив 5 суток.

9.2. Подготовка хроматографической колонки.

Стеклянные колонки промывают дистиллированной водой, ацетоном, хлороформом и затем высушивают в токе азота или воздуха.

Колонка № 1. Колонку заполняют с помощью вакуумного насоса готовой хроматографической насадкой с 5 % OV-17 на Инертоне Супер, оставляя пустым конец, входящий в испаритель колонки, устанавливают в термостате хроматографа без подсоединения к детектору и кондиционируют в течение 8 ч при постепенном повышении температуры от 100 до 200 °С и расходе газа-носителя 20 см³/мин.

Колонка № 2. В фарфоровую чашку высыпают 2 г Хроматона N-AW-HMDS и заливают 60 см³ раствора гидроксида калия. Испаряют этанол, нагревая насадку на водяной бане до сыпучего состояния. Затем насадку заливают 60 см³ раствора Carbowax 20M, также испаряют хлороформ и окончательно высушивают насадку при 100—110 °С. Колонку заполняют подготовленным сорбентом, оставляя пустым конец колонки, входящий в испаритель. Колонку устанавливают в термостате хроматографа и кондиционируют в течение 10—12 ч без подсоединения к детектору при постепенном повышении температуры от 70 до 150 °С и расходе газа-носителя 20 см³/мин.

Подготовленные колонки подсоединяют к детекторам и кондиционируют до стабилизации нулевой линии при максимальной чувствительности прибора.

9.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость значения хроматографического сигнала от концентрации диметилэтанолamina, триэтилендиамина и этаноламина, устанавливают методом абсолютной калибровки. Для этого вводят в хроматограф 0,5 см паровоздушной фазы при определении диметилэтанолamina и триэтилендиамина и 1 мм раствора этаноламина. Градуировочную характеристику строят в координатах: концентрация вещества (мкг/см³) – высота пика (мм). Градуировку выполняют по шести точкам, для каждой концентрации и холостой пробы и проводят пять параллельных измерений согласно табл. 3, 4, 5.

9.3.1. Установление градуировочной характеристики N,N-диметилэтанолamina и триэтилендиамина.

Растворы для градуировки N,N-диметилэтанолamina и триэтилендиамина готовят в соответствии с табл. 3 и табл. 4.

Таблица 3

**Растворы для установления градуировочной характеристики
при определении N,N-диметилэтанолamina**

| № градуировочного раствора | Объём рабочего стандартного раствора N,N-диметилэтанолamina № 2, с массовой конц. 100 мкг/см ³ , см ³ | Объём погло- тительного раствора, см ³ | Массовая концен- трация градуиро- вочного раствора диметилэтанолa- мина, мкг/см ³ |
|----------------------------|---|---|--|
| 1 | 0,0 | 100,0 | 0 |
| 2 | 1,0 | 99,0 | 1,0 |
| 3 | 2,0 | 98,0 | 2,0 |
| 4 | 3,0 | 97,0 | 3,0 |
| 5 | 10,0 | 90,0 | 10,0 |
| 6 | 20,0 | 80,0 | 20,0 |
| 7 | 50,0 | 50,0 | 50,0 |

Таблица 4

**Растворы для установления градуировочной характеристики
при определении триэтилендиамина**

| № градуировочного раствора | Объём рабочего стандартного раствора триэтилендиамина № 2, с массовой конц. 100 мкг/см ³ , см ³ | Объём погло- тительного раствора, см ³ | Массовая concentra- ция градуировочного раствора триэтиленди- амина, мкг/см ³ |
|----------------------------|---|---|--|
| 1 | 0,0 | 100,0 | 0,0 |
| 2 | 0,5 | 99,5 | 0,5 |
| 3 | 1,0 | 99,0 | 1,0 |
| 4 | 2,0 | 98,0 | 2,0 |
| 5 | 4,0 | 96,0 | 4,0 |
| 6 | 6,0 | 94,0 | 6,0 |
| 7 | 10,0 | 90,0 | 10,0 |

Градуировочные растворы устойчивы в течение 2-х суток.

Для установления градуировочной характеристики N,N-диметилэтанолamina и триэтилендиамина по 2 см³ градуировочных растворов помещают в пенициллиновые флаконы, содержащие по 10 г гидроксида калия. Пенициллиновые флаконы закрывают резиновыми пробками с фторопластиковыми прокладками и обжимают прессом. Встряхивают флаконы несколько раз, помещают в термостат и выдерживают 5 мин при температуре 80 °С. Анализируют 0,5 см³ паровоздушной фазы, отбирая ее шприцем, предварительно прогретым при температуре 80 °С.

Условия хроматографирования градуировочных паровоздушных смесей и анализируемых проб:

колонка №2, соединенная с термоионным детектором

температура детектора

температура колонки

температура испарителя

расход газа-носителя (азот)

расход водорода

расход воздуха

время удерживания N,N-диметилэтанолamina

время удерживания триэтилендиамина

объем вводимой пробы

Градуировку проводят каждый раз перед проведением измерений по одному из градуировочных растворов.

9.3.2. Установление градуировочной характеристики этаноламина.

Растворы этаноламина для градуировки готовят в соответствии с табл. 5.

Таблица 5

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении этаноламина

| № градуировочного раствора | Объем стандартного раствора этаноламина с массовой конц. 100 мкг/см ³ , см ³ | Объем поглощенного раствора, см ³ | Массовая концентрация градуировочного раствора этаноламина, мкг/см ³ |
|----------------------------|--|--|---|
| 1 | 0 | 100,0 | 0 |
| 2 | 0,25 | 99,75 | 0,25 |
| 3 | 0,5 | 99,5 | 0,5 |
| 4 | 1,0 | 99,0 | 1,0 |
| 5 | 2,0 | 98,0 | 2,0 |
| 6 | 3,0 | 97,0 | 3,0 |
| 7 | 5,0 | 95,0 | 5,0 |

Градуировочные растворы устойчивы в течение 2-х суток.

Для установления градуировочной характеристики этаноламина по 1 см³ раствора помещают в делительную воронку, добавляют 1 см³ насыщенного раствора гидроксида натрия, 1 см³ толуола и проводят экстракцию в течение 1 мин. После полного расслоения фаз отделяют толуольный слой, переводят его в пробирку вместимостью 1 см³, добавляют 5 мм³ пентафторпропионового ангидрида, закрывают пробкой и встряхивают несколько раз. Через 10 мин толуольный экстракт поме-

щают в делительную воронку, добавляют 1 см³ фосфатно-кислого буферного раствора рН 7 и встряхивают несколько раз. Толуольный слой отделяют и переводят в пробирку вместимостью 1 см³, добавляют 0,4 г серноокислого натрия и через 2—3 мин хроматографируют 1 мм³.

Условия хроматографирования градуировочных растворов и анализируемых проб:

колонка №1, соединенная с электрозахватным детектором
 температура колонки
 температура испарителя
 температура детектора
 расход газа-носителя
 время удерживания этаноламина
 объём вводимой пробы

Проверку стабильности градуировочной характеристики проводят при изменении условий анализа, после ремонта хроматографа, замены колонки, но не реже одного раза в месяц.

9.4. Отбор проб воздуха

Отбор проб следует проводить с учетом требований ГОСТ 12.1.005—88 «ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны» и Руководства Р 2.2.2006—05 (прилож. 9, обязательное) «Общие методические требования к организации и проведению контроля содержания вредных веществ в воздухе рабочей зоны», п. 2 контроль соответствия максимальным ПДК.

Воздух с объемным расходом 2 дм³/мин аспирируют через погло­тительный прибор с пористой пластинкой, содержащий 6 см³ погло­тительного раствора. Для измерения массовых концентраций аминов на уровне ½ ПДК следует отобрать 6 дм³ воздуха.

Отобранные пробы хранятся в течение суток в холодильнике.

10. Выполнение измерений

10.1. Содержимое поглотительного прибора количественно переносят в пробирки и доводят поглотительным раствором содержимое пробирок до объёма 6 см³.

10.2. Выполнение измерений этаноламина.

1 см³ пробы из поглотительного прибора вносят в делительную воронку и далее последовательность анализа такая же как при определении градуировочной характеристики.

10.3. Выполнение измерений N,N-диметилэтанолamina и триэтиллендиамина

2 см³ пробы из поглотительного прибора вносят в пенициллиновый флакон с 10 г гидроксида калия, флакон закрывают пробкой с прокладкой из фторопластовой пленки, герметизируют и далее последовательность анализа такая же как при определении градуировочной характеристики.

11. Вычисление результатов измерений

Проводят измерения концентрации аминов в анализируемой пробе по градуировочной характеристике с использованием компьютерной системы обработки хроматографической информации, C_x (мкг/см³)

Концентрацию амина в воздухе (C , мг/м³) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{C_x \cdot V_{np.}}{V_{20}}, \text{ где}$$

$V_{np.}$ – общий объем пробы, см³;

V_{20} – объем пробы воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, дм³ (прилож. 1).

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, если выполняется следующее неравенство:

$$\frac{x_{\max} - x_{\min}}{\bar{x}} \cdot 100 \leq r, \text{ где}$$

x_{\max} , x_{\min} – максимальный и минимальный результат параллельных определений;

\bar{x} – среднее арифметическое результатов параллельных определений;

r – предел повторяемости (допускаемое расхождение между результатами параллельных определений).

Значение предела повторяемости представлено в табл. 6.

**Диапазон измерений значения пределов повторяемости
и воспроизводимости при доверительной вероятности 0,95**

| Определяемый компонент | Диапазон анализируемых массовых концентраций компонента, мг/м ³ | Предел повторяемости, (для 2 результатов параллельных определений), г,% отн. | Предел воспроизводимости (для двух результатов анализа) R, % отн. |
|---|--|--|---|
| 2-(диметиламино) этанол (N,N-Диметилэтаноламин) | От 1,0 до 50 | 8,3 | 9,4 |
| 1,4-диазабидикло[2,2,2]октан (Триэтилендиамин) | От 0,5 до 10 | 11 | 12 |
| 2-аминоэтанол (Этаноламин) | От 0,25 до 5,0 | 9,1 | 9,7 |

При превышении предела повторяемости, определения повторяют. При повторном превышении указанного норматива анализ прекращают до выяснения причин, приводящих к неудовлетворительным результатам контроля и устранения их.

12. Оформление результатов анализа

Результат количественного анализа «С» в мг/м³ представляют в виде

$$C \pm \Delta (P = 0,95)$$

В случае, если N,N-диметилэтанолamina, триэтилендиаминa и этанолamina в воздухе рабочей зоны ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, то производят следующую запись в журнале: «массовая концентрация N,N-диметилэтанолamina, триэтилендиаминa и этанолamina в воздухе рабочей зоны менее 1,0; 0,5; 0,25 мг/м³ (более 50; 10; 5 мг/м³) соответственно».

13. Контроль точности в форме стабильности градуировочной характеристики

13.1. Для контроля стабильности градуировочной характеристики готовят 3 контрольных пробы с концентрацией амина, относящейся к началу, середине и концу градуировочной характеристики. Последовательно анализируют контрольные пробы, проводят определение концентрации амина с помощью градуировочных характеристик и сравнивают результаты анализов с реальным значением концентрации амина в пробе, рассчитанным по процедуре приготовления.

13.2. Стабильность градуировочной характеристики считают удовлетворительной, если для каждой контрольной точки выполняется следующее неравенство:

$$\left| \frac{C_0 - C_z}{C_0} \right| \times 100 \% \leq K_z, \text{ где}$$

$C_0 - C_z$ – расхождение между аттестованным по процедуре приготовления значением концентрации и концентрацией определенной с помощью градуировочных характеристик, мкг/см³;

C_z – концентрация амина, определенная по градуировочной характеристике;

K_z – норматив контроля стабильности градуировочной характеристики.

$$K_z = 15 \% \text{ отн.}$$

13.3. Контроль стабильности градуировочной характеристики осуществляется не реже одного раза в 3 месяца. Градуировочная характеристика считается стабильной, если отклонение не превышает $\pm K_z$. Если условие не выполняется, эксперимент повторяют. Если результат повторного сравнения неудовлетворительный, то выясняют причины, приводящие к получению неудовлетворительных результатов контроля, и устраняют их. В случае невозможности устранения причин, приводящих к превышению норматива, градуировочной характеристики график строят вновь.

14. Нормы затрат времени на анализ

Для проведения одного анализа, включая отбор проб, требуется два ч.

Методические указания разработаны: Е. А. Комраковой и Л. В. Мельниковой (Нижегородский НИИ гигиены и профпатологии).