**Государственная система санитарно-эпидемиологического нормирования Российской Федерации**

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

# Определение концентраций загрязняющих веществ в атмосферном воздухе

**Сборник методических указаний МУК 4.1.591–96–4.1.645–96, 4.1.662–97, 4.1.666–97**

*Издание официальное*

**Минздрав России**
**Москва • 1997**

gost.e-ecolog.ru

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

# Определение концентраций загрязняющих веществ в атмосферном воздухе

## Сборник методических указаний МУК 4.1.591—96—4.1.645—96, 4.1.662—97, 4.1.666—97

ББК 51.21я8
М54

М54 **Определение** концентраций загрязняющих веществ в атмосферном воздухе: Сборник методических указаний.—М.: Информационно-издательский центр Минздрава России, 1997.—454 с.

ISBN 5—7508—0102—0

1. Подготовлены творческим коллективом специалистов в составе: Малышева А. Г. (руководитель), Зиновьева Н. П., Суворова Ю. Б., Растянников Е. Г.,. Топорова И. Н., Евстигнеева М. А., Жаворонкова Н. А. (НИИ экологии человека и гигиены окружающей среды им. А. Н. Сысина РАМН), при участии Кучеренко А. И. (Госкомсанэпиднадзор России).

2. Утверждены и введены в действие Первым заместителем Председателя Госкомсанэпиднадзора России - заместителем Главного государственного врача Российской Федерации Семеновым С. В. 31 октября 1996 года.

3. Введены впервые.

**ББК 51.21я8**

ISBN 5—7508—0102—0

©Информационно-издательский
центр Минздрава России

## Содержание

Область применения . . . . . 6

Методические указания по газохроматографическому определению адамантана в атмосферном воздухе. МУК 4.1.591—96 . . . . . 8

Методические указания по газохроматографическому определению 2-аллилоксиэтилового спирта в атмосферном воздухе. МУК 4.1.592—96 . . . . . 14

Методические указания по определению аминофенилуксусной кислоты в атмосферном воздухе потенциометрическим титрованием. МУК 4.1.593—96 . . . . . 22

Методические указания по высокоэффективному жидкостному хроматографическому определению D(-)-α-аминофенилуксусной кислоты. МУК 4.1.594—96 . . . . . 29

Методические указания по определению 2-аминоэтилсерной кислоты в атмосферном воздухе методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.595—96 . . . . . 35

Методические указания по фотометрическому определению солей аммония сернокислого и аммония надсернокислого в атмосферном воздухе по иону аммония. МУК 4.1.596—96 . . . . . 41

Методические указания по газохроматографическому определению анилина, N-метиланилина, N,N-диметиланилина, О-толуидина, N-этиланилина, N,N-диэтиланилина, N-этил-О-толуидина, N,N-диэтил-М-толуидина в атмосферном воздухе. МУК 4.1.597—96 . . . . . 47

Методические указания по газохроматографическому определению ароматических, серосодержащих, галогеносодержащих веществ, метанола, ацетона и ацетонитрила в атмосферном воздухе. МУК 4.1.598—96 . . . . . 58

Методические указания по газохроматографическому определению ацетальдегида в атмосферном воздухе. МУК 4.1.599—96 . . . . . 72

Методические указания по газохроматографическому определению ацетона, метанола и изопропанола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.600—96 . . . . . 79

Методические указания по газохроматографическому определению ацетоуксусного эфира в атмосферном воздухе. МУК 4.1.601—96 . . . . . 87

Методические указания по газохроматографическому определению беназола П (2-/2'-гидрокси-5'-метилфенил/бензтриазол) в атмосферном воздухе. МУК 4.1.602—96 . . . . . 94

Методические указания по газохроматографическому определению бензилацетата в атмосферном воздухе. МУК 4.1.603—96 . . . . . 100

Методические указания по газохроматографическому определению бензилбензоата в атмосферном воздухе. МУК 4.1.604—96 . . . . . 106

Методические указания по фотометрическому определению п-бензохинона в атмосферном воздухе. МУК 4.1.605—96 . . . . . 112

Методические указания по газохроматографическому определению 1-бромнафталина в атмосферном воздухе. МУК 4.1.606—96 . . . . . 117

Методические указания по определению винилхлорида в атмосферном воздухе методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.607—96 . . . . . 123

Методические указания по определению гидрохинона в атмосферном воздухе методом тонкослойной хроматографии. МУК 4.1.608—96 . . . . . 143

Методические указания по газохроматографическому определению дивинилбензола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.609—96 . . . . . 149

Методические указания по газохроматографическому определению диметилизофталата в атмосферном воздухе. МУК 4.1.610—96 . . . . . 155

Методические указания по газохроматографическому определению диметилфталата в атмосферном воздухе. МУК 4.1.611—96 . . . . . 161

Методические указания по газохроматографическому определению диэтилбензола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.612—96 . . . . . 168

Методические указания по газохроматографическому определению диэтиленгликоля в атмосферном воздухе. МУК 4.1.613—96 . . . . . 174

Методические указания по определению диэтилфталата в атмосферном воздухе методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.614—96 . . . . . 181

Методические указания по пламенно-фотометрическому определению калия хлорида в атмосферном воздухе. МУК 4.1.615—96 . . . . . 187

Методические указания по газохроматографическому определению одноосновных карбоновых кислот в атмосферном воздухе. МУК 4.1.616—96 . . . . . 192

Методические указания по газохроматографическому определению ксиленолов, крезолов и фенола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.617—96 . . . . . 201

Методические указания по хромато-масс-спектрометрическому определению летучих органических веществ в атмосферном воздухе. МУК 4.1.618—96 . . . . . 217

Методические указания по газохроматографическому определению меркаптанов (метил-, этил-, пропил-, бутил-меркаптанов) в атмосферном воздухе. МУК 4.1.619—96 . . . . . 229

Методические указания по газохроматографическому определению метилакрилата в атмосферном воздухе. МУК 4.1.620—96 . . . . . 238

Методические указания по газохроматографическому определению метилаля в атмосферном воздухе. МУК 4.1.621—96 . . . . . 244

Методические указания по газохроматографическому определению метиламина в атмосферном воздухе. МУК 4.1.622—96 . . . . . 250

Методические указания по газохроматографическому определению метил- и этилмеркаптанов в атмосферном воздухе. МУК 4.1.623—96 . . . . . 258

Методические указания по газохроматографическому определению метилового и этилового спиртов в атмосферном воздухе. МУК 4.1.624—96 . . . . . 267

Методические указания по газохроматографическому определению метилового эфира дихлоруксусной кислоты в атмосферном воздухе. МУК 4.1.625—96 . . . . . 275

Методические указания по газохроматографическому определению метилтолуилата в атмосферном воздухе. МУК 4.1.626—96 . . . . . 282

Методические указания по газохроматографическому определению метилформиата в атмосферном воздухе. МУК 4.1.627—96 . . . . . 290

Методические указания по фотоколориметрическому определению 2-нафтола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.628—96 . . . . . 297

Методические указания по фотоколориметрическому определению нитрилов (С10—С16) в атмосферном воздухе. МУК 4.1.629—96 . . . . . 303

Методические указания по определению о-нитроанилина в атмосферном воздухе методом тонкослойной хроматографии. МУК 4.1.630—96 . . . . . 309

Методические указания по высокоэффективному жидкостному хроматографическому определению нитробензола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.631—96 . . . . . 316

Методические указания по газохроматографическому определению пропилбензола, этилтолуолов, псевдокумола и нафталина в атмосферном воздухе. МУК 4.1.632—96 . . . . . 321

Методические указания по газохроматографическому определению псевдокумола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.633—96 . . . . . 330

Методические указания по определению ремантадина в атмосферном воздухе методом тонкослойной хроматографии. МУК 4.1.634—96 . . . . . 339

Методические указания по газохроматографическому определению терефталевой кислоты в атмосферном воздухе. МУК 4.1.635—96 . . . . . 346

Методические указания по определению тиомочевины в атмосферном воздухе методом тонкослойной хроматографии. МУК 4.1.636—96 . . . . . 354

Методические указания по газохроматографическому определению толуола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.637—96 . . . . . 360

Методические указания по газохроматографическому определению уксусной кислоты в атмосферном воздухе. МУК 4.1.638—96 . . . . . 366

Методические указания по фотоколориметрическому определению фурфурола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.639—96 . . . . . 372

Методические указания по газохроматографическому определению фурфурола и метилфурфурола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.640—96 . . . . . 378

Методические указания по определению хлорамина ХБ в атмосферном воздухе методом тонкослойной хроматографии. МУК 4.1.641—96 . . . . . 385

Методические указания по газохроматографическому определению хлорангидрида $\beta$-ацетилмеркаптопропионовой кислоты в атмосферном воздухе. МУК 4.1.642—96 . . . . . 392

Методические указания по ионохроматографическому определению хлора, брома, хлороводорода и бромоводорода в атмосферном воздухе. МУК 4.1.643—96 . . . . . 399

Методические указания по газохроматографическому определению п-хлорфенола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.644—96 . . . . . 408

Методические указания по газохроматографическому определению хлористого аллила в атмосферном воздухе. МУК 4.1.645—96 . . . . . 415

Методические указания по определению массовой концентрации стирола в атмосферном воздухе методом газовой хроматографии. МУК 4.1.662—97 . . . . . 421

Методические указания по измерению концентрации волокон асбеста в атмосферном воздухе населенных мест. МУК 4.1.666—97 . . . . . 432

УТВЕРЖДАЮ

Первый заместитель Председателя Госкомсанэпиднадзора России – заместитель Главного государственного санитарного врача Российской Федерации

С. В. Семенов

31 октября 1996 г.

Дата введения – с момента утверждения

# Определение концентраций загрязняющих веществ в атмосферном воздухе

## Сборник методических указаний МУК 4.1.591—96—4.1.645—96, 4.1.662—97, 4.1.666—97

### Область применения

Методические указания по определению концентраций загрязняющих веществ в атмосферном воздухе предназначены для использования в системе госсанэпиднадзора России, при проведении аналитического контроля ведомственными лабораториями предприятий, а также научно-исследовательских институтов, работающих в области гигиены окружающей среды. Методические указания разработаны с целью обеспечения контроля соответствия уровня содержания загрязняющих веществ их гигиеническим нормам – предельно допустимым концентрациям (ПДК) и ориентировочно безопасным уровням

Издание официальное

Настоящие методические указания не могут быть полностью или частично воспроизведены, тиражированы и распространены без разрешения Департамента госсанэпиднадзора Минздрава России.

воздействия (ОБУВ) – и являются обязательными при осуществлении аналитического контроля атмосферного воздуха.

Включенные в сборник методические указания разработаны в соответствии с требованиями ГОСТов 8.010—90 «Методики выполнения измерений», 17.2.4.02—81 «Охрана природы. Атмосфера. Общие требования к методам определения загрязняющих веществ», 17.0..02—79 «Охрана природы. Метрологическое обеспечение контроля загрязненности атмосферы, поверхностных вод и почвы. Основные положения», Р1.5—92 (пункты 7.3). Все методики анализа метрологически аттестованы и обеспечивают определение веществ с нижним пределом обнаружения не выше 0,8 ПДКм.р. и суммарной погрешностью, не привышающей 25 %, с отбором пробы воздуха в течение 20—30 мин при определении максимальной разовой концентрации или круглосуточном отборе пробы при определении среднесуточной концентрации.

В сборнике представлены методики контроля атмосферного воздуха за содержанием нормируемых соединений. Методики основаны на использовании физико-химических методов анализа – фотометрии, потенциометрии, тонкослойной хроматографии с различного вида детектированием, ионной хроматографии, газожидкостной, высокоэффективной жидкостной хроматографии, хромато-масс-спектрометрии. Приведено 55 методик по измерению концентраций 140 загрязняющих веществ на уровне и ниже их гигиенических нормативов в атмосферном воздухе населенных мест. Контролируемые вещества относятся к различным классам соединений: неорганическим веществам, ароматическим углеводородам, спиртам, органическим кислотам, эфирам, альдегидам, азотсодержащим углеводородам, фенолам, меркаптанам.

Методические указания одобрены и рекомендованы Комиссией по санитарно-гигиеническому нормированию «Лабораторно-инструментальное дело и метрологическое обеспечение» Госкомсанэпиднадзора России и бюро секции по физико-химическим методам исследования объектов окружающей среды Проблемной комиссии «Научные основы экологии человека и гигиены окружающей среды».

УТВЕРЖДЕНО

Первым заместителем Председателя Госкомсанэпиднадзора России – заместителем Главного государственного санитарного врача Российской Федерации
31 октября 1996 г.
МУК 4.1.643—96
Дата введения – с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

# Методические указания по ионохроматографическому определению хлора, брома, хлороводорода и бромоводорода в атмосферном воздухе

Настоящие методические указания устанавливают ионохроматографическую методику количественного химического анализа атмосферного воздуха для определения в нем содержания хлора, брома, хлороводорода и бромоводорода в диапазонах концентраций соответственно: 0,024—0,45 мг/м$^3$; 0,032—0,6 мг/м$^3$; 0,16—3,0 мг/м$^3$; 0,08—1,5 мг/м$^3$.

Физико-химические свойства определяемых веществ:

| Вещество | $Cl_2$ | $Br_2$ | HCl | HBr |
|---|---|---|---|---|
| Мол. масса | 71,0 | 159,83 | 36,5 | 80,91 |
| Агрегатное состояние | газ | жидкость | газ | газ |
| Плотность, г/дм$^3$ | 3,214 | 3102,0 | 1,639 | 3,644 |
| Температура кипения, °С | –34,1 | 59,82 | –85,1 | –67,0 |

Издание официальное

Настоящие методические указания не могут быть полностью или частично воспроизведены, тиражированы и распространены без разрешения Департамента госсанэпиднадзора Минздрава России.

| Вещество | $Cl_2$ | $Br_2$ | HCl | HBr |
|---|---|---|---|---|
| Температура плавления, °С | −101,0 | −7,25 | −114,2 | −86,91 |
| Растворимость: а) в воде (г/100 г) б) в четыреххлористом углероде | 0,74 (20°С) хорошо | 3,58 (20°С) хорошо | 56,1 (60°С) не растворим | 120 (10°С) не растворим |
| Летучесть, мг/дм$^3$ | – | 1,39 | – | – |

Хлор – зеленовато-желтый газ с резким запахом, сильнодействующее ядовитое вещество, относится к 2-му классу опасности. ПДКм.р. для атмосферного воздуха населенных мест – 0,1 мг/м$^3$, ПДКс.с – 0,03 мг/м$^3$.

Бром – тяжелая жидкость красно-бурого цвета, яд. Вызывает ожоги кожи, слезоточение, кашель, головную боль. Раздражает дыхательные пути, относится к 2-му классу опасности. ПДКс.с. для атмосферного воздуха населенных мест – 0,04 мг/м$^3$.

Хлороводород – при обычных условиях бесцветный газ с резким запахом. Вызывает раздражение слизистых оболочек, чувство удушья, насморк, кашель, разрушает зубы, относится к 2-му классу опасности. ПДКм.р. и с.с. для атмосферного воздуха населенных мест – 0,2 мг/м$^3$.

Бромоводород – при обычных условиях бесцветный газ с резким запахом. Вызывает слабость, кашель, кровотечения из носа, головные боли, рвоту, относится к 3-му классу опасности. ПДКм.р. для атмосферного воздуха населенных мест – 1,0 мг/м$^3$, ПДКс.с. – 0,1 мг/м$^3$.

## 1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей ±17,3 %, при доверительной вероятности 0,95.

## 2. Метод измерений

Измерения концентрации хлора, брома, хлороводорода, бромоводорода выполняют методом жидкостной ионной хроматографии. Концентрирование веществ из воздуха осуществляют в щелочной раствор пероксида водорода, переведением хлора и брома в хлорид- и бромид-ионы. Для определения хлороводорода и бромоводорода отделяют хлор и бром, поглощая их четыреххлористым углеродом.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы для хлора и хлороводорода – 0,024 мкг; для брома и бромоводорода – 0,048 мкг.

Определению не мешают: фториды, карбонаты, сульфаты, фосфаты.

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

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

### *3.1. Средства измерений*

| | |
|---|---|
| Хроматограф жидкостный ионный с кондуктометрическим детектором | |
| Барометр-анероид М-67 | ТУ 2504-1797—75 |
| Весы аналитические ВЛА-200 | ГОСТ 24104-80 |
| Линейка измерительная | ГОСТ 17435-72 |
| Лупа измерительная | ГОСТ 8309-75 |
| Меры массы | ГОСТ 7328-82Е |
| Посуда стеклянная лабораторная | ГОСТ 1770-74Е и 20292-74Е |
| Секундомер 2-го кл. точности | ГОСТ 5072-79 |
| Термометр лабораторный шкальный, ТЛ-2; пределы 0—55 °С, цена деления 1 °С | ГОСТ 215-73Е |
| Шприцы медицинские, вместимостью 1 и 5 $см^3$ | ГОСТ 22967-82 |
| Электроаспиратор ЭА-2С | ТУ 25.11.159281 |

### *3.2. Вспомогательные устройства*

| | |
|---|---|
| Хроматографические колонки из нержавеющей стали: разделительная длиной 100 мм, концентрационная – длиной 50 мм, предварительная колонка длиной 50 мм, дросселирующая колонка длиной 50 мм, подавительная колонка длиной 200 мм (2 шт.) | |
| Мешалка магнитная | |
| Приборы поглотительные со стеклянной пористой пластинкой | ТУ 25.11-1136-75 |
| Стаканы химические вместимостью 50 и 150 $см^3$ | ГОСТ 25336-82 |
| Термос бытовой широкогорлый | ОСТ 21-4-77 |

| | |
|---|---|
| Установка «Aquapur» для деионизации воды (производство Германия) | |
| Часовое стекло | |
| Шкаф сушильный СНОЛ 6.05.05.ОМО | ГОСТ 13474-79 |
| Электроплитка | ГОСТ 14919-83Е |

*3.3. Материалы*

Лед
Стекловата
Стеклянные заглушки

*3.4. Реактивы*

| | |
|---|---|
| Анионит АРА-12Л – насадка для предварительной и дросселирующей колонок | ТУ 6-09-10-818-78 |
| Анионит ХИКС-1 – насадка для разделительной и концентрационной колонок | ТУ 15/16 ЭССР-4-65 |
| Вода деионизованная | |
| Водорода пероксид, 30 %, ч. д. а. | ГОСТ 10929-76 |
| Катионит КРС-6П – насадка для подавительных колонок | ТУ 6-09-10-228 |
| или катионит КУ-2-8 | ГОСТ 13505-68 |
| Кислота хлороводородная, ч. д. а. | ГОСТ 3118-77 |
| Натрия бромид, ч. | ГОСТ 4169-76 |
| Натрия гидроксид, х. ч. | ГОСТ 4328-77 |
| Натрия карбонат, ч. д. а. | ГОСТ 83-79 |
| Натрия хлорид, ч. д. а. | ГОСТ 4234-77 |
| Углерод четыреххлористый, х. ч. | ГОСТ 20288-74 |

## 4. Требования безопасности

4.1. При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работы с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТу 12.1.005-88.

4.2. При выполнении измерений с использованием жидкостного ионного хроматографа соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТом 12.1.019-79 и инструкцией по эксплуатации прибора.

## 5. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений допускают лиц, имеющих квалификацию не ниже инженера-химика, с опытом работы на жидкостном ионном хроматографе.

## 6. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

• процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят в нормальных условиях согласно ГОСТу 15150-69 при температуре воздуха (20±10) °С, атмосферном давлении 630—800 мм рт. ст. и влажности воздуха не более 80 %;

• выполнение измерений на жидкостном ионном хроматографе проводят в условиях рекомендованных технической документацией к прибору.

## 7. Подготовка к выполнению измерений

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

### *7.1. Приготовление растворов*

*Исходный раствор для градуировки при определении хлора и хлороводорода (с ионов хлора = 2,4 мг/см$^3$).* 0,3957 г натрия хлорида вносят в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, доводят объем до метки деионизированной водой и тщательно перемешивают. Раствор устойчив в течение длительного времени.

*Рабочий раствор для градуировки при определении хлора и хлороводорода (с ионов хлора = 0,024 мг/см$^3$).* 1,0 см$^3$ исходного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, доводят объем до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают. Раствор устойчив в течение длительного времени.

*Исходный раствор для градуировки при определении брома и бромоводорода (с ионов брома = 1,2 мг/см$^3$).* 0,1544 г натрия бромида вносят в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, доводят объем до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают. Раствор устойчив в течение 2-х недель в темной склянке.

*Рабочий раствор для градуировки при определении брома и бромоводорода (с ионов брома = 0,012 мг/см$^3$).* 1,0 см$^3$ исходного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, доводят объем до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают. Раствор устойчив 2 недели в темной склянке.

*Поглотительный раствор.* 8,0 г гидроксида натрия растворяют в 1,0 дм$^3$ деионизованной воды. Срок хранения раствора – 1 месяц в плотно закрытой полиэтиленовой посуде. Перед отбором проб раствор гидроксида натрия смешивают с пероксидом водорода в соотношении 3 : 1.

*Элюент, раствор натрия карбоната* $10^{-3}$ *М.* 0,212 г карбоната натрия растворяют в 2-х литрах деионизованной воды. **Избегать попадания пузырьков газа $CO_2$ в насос хроматографа!** Раствор устойчив в течение длительного времени.

### *7.2. Подготовка хроматографической колонки*

Для заполнения хроматографических колонок взвешивают по 0,8 г анионитов ХИКС-1 и АРА-12 л, 3 г катионита КУ-2-8, помещают в химические стаканы вместимостью 50 $см^3$, приливают 20 $см^3$ деионизованной воды и перемешивают на магнитной мешалке в течение 5—7 мин для образования суспензии.

Чистые металлические колонки (предварительная, разделительная, концентрационная, подавительные и дросселирующая) заполняются ионообменниками с помощью наполнителя, в который заливают суспензию. Заполнение производится 20—30 мин при максимальном расходе насоса. При заполнении колонки на слой адсорбента кладут небольшой слой стекловаты и наворачивают штуцер. Колонки устанавливают в термостат хроматографа, наладку и вывод хроматографа на рабочий режим проводят в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору.

### *7.3. Установление градуировочной характеристики*

Градуировочную характеристику, устанавливающую зависимость высоты пика (см) от концентрации Cl-ионов и Br-ионов (мкг/$см^3$), строят по 5-ти сериям растворов для градуировки. Каждую серию, состоящую из 6-ти градуировочных растворов, готовят в мерных колбах вместимостью 100 $см^3$. Для этого в каждую колбу вносят рабочий раствор для градуировки в соответствии с табл. 1 и 2, доводят деионизованной водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 1

**Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентрации хлороводорода и определении суммарной концентрации хлора и хлороводорода**

| Номер раствора для градуировки | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Объем рабочего раствора (с = 24 мкг/$см^3$), $см^3$ | 0,1 | 0,5 | 0,8 | 1,0 | 2,0 | 3,0 |
| Концентрация ионов хлора, мкг/$см^3$ | 0,024 | 0,120 | 0,192 | 0,240 | 0,480 | 0,720 |

Таблица 2

**Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентрации бромоводорода и определении суммарной концентрации брома и бромоводорода**

| Номер раствора для градуировки | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Объем рабочего раствора (с = 12 мкг/см$^3$), см$^3$ | 0,1 | 0,5 | 0,8 | 1,0 | 2,0 | 3,0 |
| Концентрация ионов брома, мкг/см$^3$ | 0,012 | 0,060 | 0,096 | 0,120 | 0,240 | 0,360 |

В концентрационную колонку хроматографа с помощью шприца дозируют 1 см$^3$ каждого градуировочного раствора хлорида натрия (табл. 1) и 4 см$^3$ каждого градуировочного раствора бромида натрия (табл. 2).

Анализ проводят в следующих условиях:

| | |
|---|---|
| расход элюента | 2 см/мин |
| скорость движения диаграммной ленты | 60 мм/ч |
| чувствительность по шкале | 4 |
| время выхода пика ионов хлора | 4 мин 38 сек |
| время выхода пика ионов брома | 15 мин 17 сек |

На полученных хроматограммах измеряют высоты пиков хлора и брома и по средним результатам из 5-ти серий строят градуировочные характеристики. Градуировки проверяют 1 раз в квартал и при смене партии реактивов.

### *7.4. Отбор проб*

Отбор проб воздуха производят согласно ГОСТу 17.2.3.01-86. Для определения хлороводорода и бромоводорода (проба 1) воздух со скоростью 0,2 дм$^3$/мин аспирируют в течение 20 мин через 2 последовательно соединенных поглотительных сосуда с пористой стеклянной пластинкой, в первом из которых содержится 5 см$^3$ четыреххлористого углерода (для улавливания хлора и брома), во втором – 10 см$^3$ щелочного раствора пероксида водорода (для улавливания хлороводорода и бромоводорода). Поглотительный сосуд с четыреххлористым углеродом необходимо поместить в смесь льда с хлоридом натрия. Одномоментно производят отбор пробы для определения суммы хлора и хлороводорода, брома и бромоводорода (проба 2), аспирируя воздух со скоростью 0,2 дм$^3$/мин в течение 20 мин

через поглотительный сосуд со стеклянной пористой пластинкой, содержащий 10 $см^3$ щелочного раствора пероксида водорода. После окончания отбора проб воздуха поглотительные сосуды закрывают резиновыми заглушками и транспортируют к месту выполнения анализа. Отобранные пробы можно хранить в течение 6 ч. Содержимое 1-го поглотительного прибора пробы 1 (четыреххлористый углерод) сливают в специальную емкость для отработанных ядовитых органических жидкостей.

### 8. Выполнение измерений

Содержимое 2-го поглотительного прибора пробы 1 сливают в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$, поглотительный сосуд ополаскивают деионизованной водой, сливая ее в ту же мерную колбу, объем колбы доводят до метки деионизованной водой. В пробе содержится смесь хлоридов и бромидов, образованных при поглощении хлороводорода и бромоводорода. Пробу 2 сливают в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$, поглотительный сосуд ополаскивают деионизованной водой, сливая ее в ту же мерную колбу. Объем колбы доводят до метки деионизованной водой. В пробе содержится смесь хлоридов и бромидов, образованных при поглощении хлора, брома, хлороводорода и бромоводорода. Пробы 1 и 2 переливают в химические стаканы и кипятят 5—6 мин для разложения остатков пероксида водорода, т. к. попадание газа в хроматограф дестабилизирует его работу. После охлаждения, пробы 1 и 2 снова выливают в мерные колбы вместимостью 25 $см^3$, доводят деионизованной водой до метки и анализируют в условиях, указанных в п. 7.3. На хроматограммах измеряют высоты пиков хлоридов и бромидов и по градуировочным характеристикам определяют их концентрацию в пробах.

### 9. Вычисление результатов измерений

Концентрацию хлороводорода в атмосферном воздухе ($мг/м^3$) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a_1 \cdot V_1 \cdot 1{,}03}{V_0}, \text{ где}$$

$V_0$ – объем пробы воздуха, приведенный к нормальным условиям, $дм^3$;

$a_1$ – концентрация Cl-ионов в пробе 1, найденная по градуировочной характеристике, $мкг/см^3$;

$V_1$ – объем пробы, 25 $см^3$;

1,03 – коэффициент пересчета Cl – в хлороводород;

Концентрацию бромоводорода в атмосферном воздухе ($мг/м^3$) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{b_1 \cdot V_1 \cdot 1{,}01}{V_0}, \text{ где}$$

$V_0$ – объем пробы воздуха, приведенный к нормальным условиям, $дм^3$;

$b_1$ – концентрация Br-ионов в пробе 1, найденная по градуировочной характеристике, $мкг/см^3$;

$V_1$ – объем пробы, 25 $см^3$;

1,01 – коэффициент пересчета Br – в бромоводород;

Концентрацию хлора в атмосферном воздухе ($мг/м^3$) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a_2 \cdot V_2 - a_1 \cdot V_1}{V_0}, \text{ где}$$

$a_2$ – концентрация Cl-ионов в пробе 2, найденная по градуировочной характеристике, $мкг/см^3$;

$V_2$ – объем пробы, 25 $см^3$;

Концентрацию брома в атмосферном воздухе ($мг/м^3$) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{b_2 \cdot V_2 - b_1 \cdot V_1}{V_0}, \text{ где}$$

$b_2$ – концентрация Br-ионов в пробе 2, найденная по градуировочной характеристике, $мкг/см^3$;

$V_2$ – объем пробы, 25 $см^3$;

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

$V_t$ – объем воздуха, отобранный для анализа, $дм^3$;

P – атмосферное давление в месте отбора пробы, мм рт. ст.;

t – температура воздуха в месте отбора пробы, °C.

*Методические указания разработаны Свергузовой С. В. и Гарковой Н. Н. (Белгородский технологический институт строительных материалов, г. Белгород).*

**Определение концентраций загрязняющих веществ в атмосферном воздухе**

**Сборник методических указаний**
**МУК 4.1.591—96—4.1.645—96, 4.1.662—97, 4.1.666—97**

Редактор Карнаухова А. А.
Технический редактор Киселева Ю. А.

Подписано в печать 17.09.97

Формат 60x88/16. Печ. л. 28,5

Тираж 5000 экз. Заказ 6846

ЛР № 020877 от 20.05.94 г.

Министерство здравоохранения Российской Федерации
101431, Москва, Рахмановский пер., д. 3

Оригинал-макет подготовлен к печати
Информационно-издательским центром Минздрава России
125167, Москва, проезд Аэропорта, 11. Отдел реализации, тел. 198-61-01

Отпечатано с готового оригинал-макета в филиале Государственного ордена
Октябрьской Революции, ордена Трудового Красного Знамени
Московского предприятия «Первая Образцовая типография»
Комитета Российской Федерации по печати.
113114, Москва, Шлюзовая наб., 10

gost.e-ecolog.ru