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 β-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 4.1.623—96
Дата введения – с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методические указания по газохроматографическому определению метил- и этилмеркаптанов в атмосферном воздухе

Настоящие методические указания устанавливают газохроматографическую методику количественного химического анализа атмосферного воздуха для раздельного определения в нём содержания метил- и этилмеркаптанов в диапазоне концентраций 7×10^{-6}—5×10^{-2} мг/м^3.

CH_3SH Мол. масса 48,10

Метилмеркаптан (ММК) – газ с резким, специфическим запахом. Температура кипения – 5,95 °С, плотность – 0,8665 г/дм^3. Хорошо растворим в органических растворителях. Растворимость в воде – 0,0233 г/см^3.

Метилмеркаптан обладает высокой токсичностью, относится к 2-му классу опасности. Максимальная разовая ПДК для атмосферного воздуха населённых мест составляет 1×10^{-4} мг/м^3.

C_2H_5SH Мол. масса 62,13

Издание официальное

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

Этилмеркаптан (ЭМК) – бесцветная прозрачная жидкость с резким, специфическим запахом. Температура кипения – 35 °С, плотность – 0,8391 г/см^3, температура плавления – 144,4 °С. Хорошо растворим в органических растворителях. Растворимость в воде – 0,015 г/см^3. В воздухе находится в виде паров.

Этилмеркаптан обладает высокой токсичностью, относится к 3-му классу опасности. ОБУВ для воздуха населённых мест составляет 5 х 10^{-5} мг/м^3.

1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей ±25 %, при доверительной вероятности – 0,95.

2. Метод измерений

Измерения концентраций метил- и этилмеркаптанов выполняют методом газожидкостной хроматографии с пламенно-фотометрическим детектированием. Концентрирование компонентов осуществляют на охлаждаемый жидким азотом твёрдый сорбент. Десорбцию вещества с сорбента проводят термодесорбцией.

Нижний предел измерения в анализируемом объёме пробы – 0,00006 мкг (по сере).

Определению не мешают: сероводород, сернистый ангидрид, серный ангидрид, диметилсульфид, диметилдисульфид, сероокись углерода, сероуглерод, органические соединения, не содержащие серы.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

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

3.1. Средства измерений

Хроматограф газовый лабораторный серии «Цвет-500» с пламенно-фотометрическим детектором или другой модели	
Весы аналитические лабораторные, 2-го класса типа ВЛР-200, ВЛА-200	ГОСТ 24104-88
Газовые бюретки, вместимостью 100, 200, 1000 см^3	ГОСТ 1770-74

Газовый счетчик барабанного типа ГСБ	ТУ 2504-2261-75
Колбы мерные вместимостью 25, 50, 100 $см^3$	ГОСТ 25366-82
Линейка измерительная	ГОСТ 8.222-76
Лупа измерительная ЛИ-6	ГОСТ 25706-83
Меры массы Г-2-210	ГОСТ 7328-88
Микрошприцы МШ-1, МШ-10, МШ-10М	ТУ 2.833.106
Секундомер типа СДС пр-1-2-000	ГОСТ 5072-79
Термометр ТЛ-4, верхний предел измерений 150 °С	ГОСТ 215-73
Установка динамического смешения «Микрогаз-1»	ТУ 2.956-057
Шприцы медицинские, вместимостью 1, 5, 10 $см^3$	ТУ 64-1-378-83

3.2. Вспомогательные устройства

Хроматографические колонки из фторопласта (Ф-4Д) длиной 4 м и 2 м, внутренний диаметр 4 мм	ГОСТ 22056-76
Баня водяная или песчаная	ТУ 46-775-75
Дистиллятор	
Микронагреватель типа МР5-4Г, производительность не менее 100 $дм^3$/мин	ТУ 333-1080
Обогатительное устройство (из комплекта ЗИП хроматографа)	
Печь муфельная ПМ-4	ТУ 79-337-77
Редуктор водородный	ТУ 26-05-463-76
Редуктор кислородный	ТУ 26-05-235-70
Сорбционная колонка из фторопласта (Ф-4Д) длиной 25 см, внутренний диаметр 4 мм	
Сосуд криогенный СК-6, СК-10	ТУ 26-04-622-88
Стаканы для взвешивания, вместимостью 25, 50 $см^3$	ГОСТ 25366-82
Стеклянный патрон, вместимостью 50—200 $см^3$	
Чашка выпарительная № 4 или № 5	ГОСТ 9147-80
Шкаф сушильный вакуумный типа ШС	ТУ 25-02-21088-78

3.3. Материалы

Азот сжатый или гелий сжатый	ГОСТ 9293-84 ТУ 51940-80
Азот жидкий	
Водород сжатый	ГОСТ 3022-80

Воздух сжатый	ГОСТ 17433-80
Стекловата	

3.4. Реактивы

Ангидрон, ч.	ТУ 6-09-3880-75
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72
Гептан, х. ч.	ТУ 6-09-06-522-75
Диоктилфталат 20 % на хроматоне N-AW-DMCS зернением 0,16—0,22 мм, готовая фаза (производство «Лахема», Чехия)	
Метилмеркаптан, производство Шеринг-Кахльбаум АГ, Германия или производства АО «Волжский оргсинтез» (чистота более 98 %)	
Спирт этиловый ректификат	ГОСТ 17299-78
Полисорб-1 зернением 0,25—0,5 мм	
Этилмеркаптан, производство Шеринг-Кахльбаум АГ, Германия или производства АО «Волжский оргсинтез» (чистота более 98 %)	ТУ 6-09-13-311-74

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 газового 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 газовом 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 газовом хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Подготовка к выполнению измерений

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

7.1. Подготовка хроматографических и сорбционной колонок

Хроматографические и сорбционные колонки перед заполнением насадками промывают дистиллированной водой, этиловым спиртом, продувают инертным газом и высушивают в сушильном шкафу при температуре 200 °С в течение 1 ч. Заполнение хроматографических колонок готовой насадкой проводят под вакуумом. Концы колонок закрывают стекловатой и, не подключая к детектору, кондиционируют в токе газа-носителя с расходом 60—70 $см^3$/мин при температуре 100 °С в течение 6 ч. После охлаждения колонки подключают к детектору, записывают нулевую линию в рабочем режиме. При отсутствии дрейфа нулевой линии колонки готовы к работе.

Заполнение сорбционной колонки насадкой проводят вручную, при лёгком постукивании палочкой. Длина слоя насадки (полисорб-1) в колонке 16,0 см. Концы колонки закрывают стекловатой и кондиционируют в условиях кондиционирования хроматографических колонок.

Колонку хранят в закрытой ёмкости 1 неделю.

7.2. Монтаж готовой схемы

Хроматографическую колонку длиной 2,0 м, сорбционную колонку, кран обогатительного устройства и хроматографическую колонку длиной 4,0 м соединяют последовательно в соответствии со схемой (см. рис.).

7.3. Приготовление растворов

Исходный раствор сероуглерода для градуировки (с = 8,0 мг/$см^3$). 800 мг сероуглерода вносят в колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки гептаном и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора – не более 10 дней.

Рабочий раствор сероуглерода для градуировки (с = 0,08 мг/$см^3$). 1,0 $см^3$ исходного раствора сероуглерода помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят объём до метки гептаном

и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора – не более 10 дней.

7.4. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают методом абсолютной градуировки на градуировочных растворах сероуглерода. Она выражает логарифмическую зависимость площади пика сероуглерода на хроматограмме ($мм^2$) от массы сероуглерода (мкг) и строится по 5-ти сериям растворов для градуировки. Каждую серию, состоящую из 5-ти растворов готовят в мерных колбах вместимостью 100 $см^3$. Для этого в каждую колбу вносят рабочий раствор для градуировки в соответствии с табл. 1, доводят объём до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 1

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентрации метил- и этилмеркаптанов

Номер раствора для градуировки	1	2	3	4	5
Объём рабочего раствора (с = 0,08 мг/$см^3$), $см^3$	0,1	0,3	0,5	0,7	1,0
Масса сероуглерода в 1 $мм^3$, мкг	0,00008	0,00024	0,00040	0,00056	0,0008

В испаритель прибора вводят по 1 $мм^3$ каждого градуировочного раствора и анализируют в следующих условиях:

температура термостата колонок	70 °С
температура крана обогатительного устройства	120 °С
температура переходника (кран обогатительного устройства-термостат)	150 °С
температура щелевой печи	125 °С
расход газа-носителя	60 $см^3$/мин
расход водорода	65 $см^3$/мин
расход воздуха	130 $см^3$/мин
детектор с фильтром с полосой пропускания	490 нм
скорость движения диаграммной ленты	720 мм/ч

На полученной хроматограмме рассчитывают площадь пика сероуглерода и по средним результатам из 5-ти серий строят градуировочную характеристику в координатах lgS – lgm. Проверка градуировочной характеристики проводится 1 раз в квартал или при смене партии реактивов.

Градуировочную характеристику возможно установить на стандартных паровоздушных смесях метил(этил)меркаптан – воздух (азот), полученных с использованием установки динамического смешения «Микрогаз-1».

Для этого УДС «Микрогаз» подключают к газовой схеме хроматографа (выход «градуировочная смесь» УДС «Микрогаз» подсоединяют к входу сорбционной колонки), кран обогатительного устройства устанавливают в положение «отбор пробы» и пропускают последовательно 5, 10, 15, 20, 30, 40, 50 $дм^3$ газовой смеси через охлаждаемую сорбционную колонку. Сорбционную колонку с отобранной стандартной смесью, не вынимая из сосуда Дьюара (охлаждение колонки), присоединяют к входу хроматографической колонки длиной 2 м и крану 5 (см. рис.). После этого сорбционную колонку вынимают из сосуда Дьюара, через 2,5—3,0 мин помещают в печь обогатительного устройства при температуре 125 °С на 1,0—1,5 мин, переключают кран 5 в положение «продувка» и проводят анализ в условиях хроматографирования градуировочных растворов.

7.5. Отбор проб

Отбор проб воздуха проводят согласно ГОСТу 17.2.3.01-86.

Соединяют последовательно сорбционную колонку, аспирационное устройство и газовый счётчик. На вход устанавливают влагопоглотитель (стеклянный патрон, наполовину заполненный высушенным при 80—90 °С ангидроном). Сорбционную колонку помещают в сосуд Дьюара с жидким азотом. Через сорбционную колонку аспирируют 20 $дм^3$ воздуха, фиксируя при этом объём по газовому счётчику. После отбора отсоединяют сорбционную колонку от аспиратора и газового счётчика. Срок хранения пробы – не более суток. Проба хранится и транспортируется только в сосуде Дьюара с жидким азотом.

Если требуется незначительное концентрирование пробы воздуха (на 1—2 порядка), допускается отбор в газовые пипетки с последующим введением шприцем 100—200 $см^3$ пробы из газовой пипетки в сорбционную колонку, смонтированную в схеме (см. рис.) хроматографа и охлаждаемую жидким азотом.

8. Выполнение измерений

После отбора пробы воздуха сорбционную колонку, не вынимая из сосуда Дьюара, присоединяют к входу хроматографической колонки длиной 2 м к крану 5 (см. рис.) в положение «отбор пробы». Далее анализируют пробу в условиях стандартных паровоздушных смесей согласно п. 7.4.

В этих условиях время удерживания метилмеркаптана – около 2 мин, этилмеркаптана – около 4 мин.

На хроматограмме рассчитывают площади пиков метил- и этилмеркаптанов. Массу метил- и этилмеркаптана в пробе находят путём умножения найденной по градуировочной характеристике массы сероуглерода на соответствующий коэффициент. Для метилмеркаптана коэффициент равен 1,26, для этилмеркаптана – 1,63.

9. Вычисление результатов измерений

Концентрацию метил- и этилмеркаптанов в атмосферном воздухе (мг/м^3) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{m}{V_0}, \text{ где}$$

m – масса метил- и этилмеркаптанов, рассчитанная согласно п. 8, мкг;

V_0 – объём пробы воздуха, приведённый к нормальным условиям, дм^3;

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

P – атмосферное давление при отборе пробы воздуха, мм рт. ст.;

t – температура воздуха в местах отбора проб, °С;

V_t – объём пробы воздуха, дм^3.

Методические указания разработаны М. Т. Джапаридзе, Н. А. Просвирниковой (НИИ «Синтез», г. Москва), Ю. И. Толчинским (ЦАО, г. Долгопрудный).

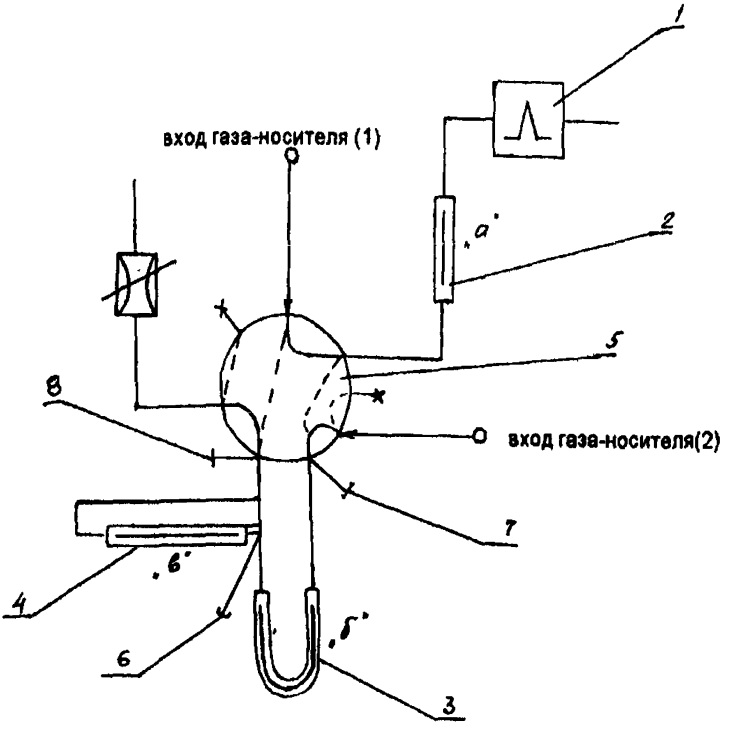


Рис. 1. *Схема соединения колонок.*

1 – пламенно-фотометрический детектор, 2 – разделительная колонка (колонка «а»), 3 – сорбционная колонка (колонка «б»), 4 – защитная колонка (колонка «в»), 5 – кран обогатительного устройства, 6, 7, 8 – хроматографические тройники (для ввода пробы в различные точки газовой системы).

Кран и переходники термостатированы при температуре 170 °С.

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