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 4.1.619—96
Дата введения – с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методические указания по газохроматографическому определению меркаптанов (метил-, этил-, пропил-, бутил-меркаптанов) в атмосферном воздухе

Настоящие методические указания устанавливают газохроматографическую методику количественного химического анализа атмосферного воздуха для определения в нем содержания меркаптанов в диапазонах концентраций: метилмеркаптан – $5{,}0 \cdot 10^{-6}$—$1 \cdot 10^{-4}$ мг/м^3, этилмеркаптан – $1{,}5 \cdot 10^{-5}$—$3 \cdot 10^{-4}$ мг/м^3, н-пропилмеркаптан $2{,}5 \cdot 10^{-5}$—$1 \cdot 10^{-3}$ мг/м^3, н-бутилмеркаптан $1{,}5 \cdot 10^{-4}$—$3 \cdot 10^{-3}$ мг/м^3.

CH_3SH	Мол. масса 48
C_2H_5SH	Мол. масса 62
C_3H_7SH	Мол. масса 76
C_4H_9SH	Мол. масса 90

Издание официальное

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

Меркаптаны (тиолы, тиоспирты) – газообразные и легколетучие органические производные сероводорода. Мало растворимы в воде, лучше – в едких щелочах, этаноле и диэтиловом эфире. Физические свойства и гигиенические нормативы меркаптанов приведены в табл. 1.

Таблица 1

Свойства меркаптанов

Меркаптан	Агрегатное состояние	Ткип., °С	Тпл., °С	d_4^{20}*	ПДК или ОБУВ, мг/м^3
Метилмеркаптан	газ	5,95	-123,0	0,8665	$1 \cdot 10^{-4}$ (ПДК)мр
Этилмеркаптан	ж	35,0	-147,3	0,8391	$3 \cdot 10^{-5}$ (ОБУВ)
н-Пропилмеркаптан	ж	67,8	-111,5	0,8415	$5 \cdot 10^{-5}$ (ОБУВ)
н-Бутилмеркаптан	ж	98,5	-115,9	0,8416	$3 \cdot 10^{-4}$ (ОБУВ)

*Примечание: d_4^{20} – *плотность, г/см^3*.

Меркаптаны (С1—С4) обладают сильным неприятным запахом. В малых концентрациях запах вызывает тошноту и головную боль, в более значительных концентрациях – действует на нервную систему, вызывая судороги и параличи. Метилмеркаптан относится ко 2-му классу опасности, для других меркаптанов класс опасности не установлен.

1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений при доверительной вероятности 0,95 с погрешностью, не превышающей: 24,5 % – для метилмеркаптанов, 24,2 % – для этилмеркаптана, 23,8 % – для н-пропилмеркаптана, 22,5 % – для н-бутилмеркаптана.

2. Метод измерений

Измерение концентрации меркаптанов выполняют методом газовой хроматографии с пламенно-фотометрическим или фотоионизационным детектором. Концентрирование из воздуха осуществляют на твердый сорбент с последующей термодесорбцией.

Нижний предел измерения: метилмеркаптана - 0,0002 мкг, этилмеркаптана - 0,0006 мкг, н-пропилмеркаптана - 0,0020 мкг, н-бутилмеркаптана - 0,0060 мкг.

Определению не мешают сероводород и углеводороды.

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 с пламенно-фотометрическим или фотоионизационным детектором	
Вакуумный водоструйный насос	ГОСТ 10696-75
Весы аналитические ВЛА-2	ГОСТ 24104-80
Генератор ГПС-3 или другая аппаратура этого типа	
Генератор водорода СГС-2	ТУ 6-09-5375-88
Динамическая установка «Микрогаз» (модель 4 или 5)	ТУ 2.840.118-91
Лупа измерительная	ГОСТ 427-75
Линейка измерительная	ГОСТ 8304-75
Микрокомпрессор РК-1	ТУ 25-06-926-77
Посуда мерная стеклянная	ГОСТ 1770-74, 20292-74, 25336-82
Сушильный шкаф	ТУ 64-1-1411-768
Секундомер	ГОСТ 5072-79
Термодесорбционная приставка	ТУ 840.26-91
Термометр ТМ-1	ГОСТ 112-78Е
Чашка фарфоровая для выпаривания диаметром 12 см	ГОСТ 9147-73
Электроаспиратор М-822	МРТУ 42-862-64

3.2. Вспомогательные устройства

Дистиллятор	ТУ 61-1-721-79
Хроматографическая колонка (3 м х 4 мм) из стекла или тефлона	
Колонка-концентратор из стекла (8 см х 5 см)	

Трубка из стекла (20 см х 15 мм) для кондиционирования сорбента, используемого для концентрирования меркаптанов

Форколонка из стекла (4 см х 5 мм) для идентификации

Эксикатор с притертой крышкой

3.3. Материалы

Азот	ГОСТ 9293-74
Водород технический	ГОСТ 3022-80
Стекловолокно обезжиренное	ГОСТ 10176-74

3.4. Реактивы

Натрия гидроксид, ч.	ГОСТ 4328-77
Натрия углекислый кислый, х. ч.	ГОСТ 4201-79
Меркаптаны С1—С4, ч., в запаянных тефлоновых ампулах (источники микротоков меркаптанов в ампулах, изготовлены и аттестованы во ВНИИМ им. Д. И. Менделеева, г. Санкт-Петербург)	
Ортофосфорная кислота, ч. д. а.	ГОСТ 6552-58
Полидифенилфталид (отечественный пористый полимерный сорбент) для концентрирования меркаптанов, зернение 0,5—0,6 мм	
Полифениловый эфир, ч. д. а.	ТУ 6П-61-68
Хлороформ, х. ч.	ГОСТ 20015-79
Хроматон N-Супер (фирма «Лахема» Чехия), (фракция 0,1—0,125 мм)	
Полихром-1 (фракция 0,5—0,9)	ТУ 10П-176-68

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. Все работы по приготовлению стандартных смесей меркаптанов проводят под тягой. Газ (азот или гелий), содержащий примеси меркаптанов, после установки «Микрогаз» или «ГСП-3» пропускают через поглотительную склянку с 5 %-ным раствором гидроокиси натрия. Ампулы с меркаптанами хранят в эксикаторе с хорошо притертой крышкой, помещенном в холодильник.

4.3. При выполнении измерений с использованием газового хроматографа соблюдают правила электробезопасности в соот-

ветствии с ГОСТом 12.1.019-79 и инструкцией по эксплуатации приборов, используемых в настоящей методике.

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: подготовка хроматографической колонки, колонки-концентратора, форколонки, установление градуировочной характеристики, отбор проб воздуха.

7.1. Подготовка хроматографической колонки, концентрационной трубки и форколонки

Для приготовления хроматографической насадки (15 % полифенилового эфира 5Ф-4Э и 1 % H_3PO_4 (масс.) на хроматоне N-Супер) рассчитанное количество эфира и ортофосфорной кислоты растворяют в хлороформе и полученным раствором в фарфоровой чашке обрабатывают твердый носитель обычным способом. Полученный сорбент высушивают в сушильном шкафу при 50 °С в течение 2 ч. Хроматографическую колонку заполняют сорбентом с помощью вакуумного водоструйного насоса и закрывают ее концы тампонами из стекловолокна. Готовую колонку помещают в термостат хроматографа и, не подключая ее к детектору, кондиционируют сорбент в токе газа-носителя (азот или гелий) при расходе около 50 $см^3$/мин в течение 8 ч при температуре 140 °С. После этого колонку присоединяют к детектору.

Полидифенилфталид кондиционируют в стеклянной трубке (20 см х 15 мм) при температуре от 50 до 300 °С (ступенчато через 20 °С) в течение 8 ч в токе азота или гелия (расход 20 $см^3$/мин). Затем 0,15 г сорбента помещают в стеклянную трубку-концентратор (8 см х 5 мм) и закрывают концы трубки тампонами из стекловолокна. Сорбционные трубки с сорбентом хранят до анализа в закрытом виде (тефлоновые заглушки) в эксикаторе.

Форколонку (4 см х 5 мм) из стекла для идентификации заполняют смесью (1 : 1) бикарбоната натрия с полихромом-1 (фракция 0,5—0,9 мм). Форколонку перед пробоотбором кондиционируют в течение 3—5 мин анализируемым воздухом (содержащим меркаптаны).

7.2. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают на стандартных парогазовых смесях меркаптанов – азот (или гелий), полученных с помощью динамической установки «Микрогаз» или «ГСП-3». Концентрации меркаптанов в потоке составляют от $5 \cdot 10^{-6}$ до $3 \cdot 10^{-3}$ мг/$м^3$ в зависимости от анализируемого меркаптана. Сорбцию меркаптанов в сорбционных трубках с полидифенилфталидом проводят в тех же условиях, что и пробоотбор. При данных концентрациях меркаптанов и скорости аспирирования воздуха 1,5 $дм^3$/мин в течение 30 мин проскока меркаптанов нет.

Варьируя время аспирирования, накапливают последовательно (с учетом производительности ампул) следующие количества меркаптанов в пяти сорбционных трубках с сорбентом:

- метилмеркаптан – 0,0002; 0,0005; 0,001; 0,002; 0,004;
- этилмеркаптан: 0,0006; 0,001; 0,003; 0,006; 0,012;
- пропилмеркаптан: 0,002; 0,005; 0,010; 0,020; 0,040;
- бутилмеркаптан: 0,006; 0,010; 0,025; 0,050; 0,120 (мг).

После отбора стандартной смеси сорбционную трубку с сорбентом помещают в предварительно нагретое до 140 °С термодесорбционное устройство, выдерживают в течение 2 мин при выключенном газе-носителе, а затем, переключением крана током газа-носителя вытесняют сконцентрированные примеси меркаптанов в хроматографическую колонку в течение анализа (30 мин).

Примечание.

Поскольку меркаптаны и другие сернистые соединения в концентрациях ниже 1 мг/м^3 разлагаются на металлических поверхностях коммуникаций хроматографа, весь «путь» пробы от испарителя до детектора (от термодесорбера до детектора) должен проходить по коммуникациям, выполненным из стекла или тефлона.

Сорбционная трубка из стекла может быть любой формы и размера (в зависимости от используемого термодесорбционного устройства). Термодесорбером может быть собственно испаритель хроматографа, что является наиболее предпочтительным, так как в этом случае десорбированная проба попадает непосредственно в начало хроматографической колонки и ее потери минимальны.

Эффективность термодесорбции меркаптанов составляет 95—98 %.

Хроматограф включают в соответствии с инструкцией и выводят на следующий режим при работе с фотоионизационным детектором:

температура термостата колонки	50 °С
температура испарителя	140 °С
температура детектора	150 °С
расход газа-носителя (азота или гелия)	30 см^3/мин
чувствительность шкалы электрометра	$2 \cdot 10^{-11}$ А
скорость диаграммной ленты	200 мм/ч

При работе с пламенно-фотометрическим детектором соотношения газовых потоков (расход газа-носителя, водорода и воздуха) указаны в паспорте хроматографа. Шкала чувствительности электрометра $4 \cdot 10^{-12}$ А. Остальные условия те же, что и при работе с фотоионизационным детектором.

Время удерживания меркаптанов:

метилмеркаптан	2 мин 25 сек
этилмеркаптан	5 мин 20 сек
н-Пропилмеркаптан	12 мин
н-Бутилмеркаптан	28 мин 30 сек
время удерживания сероводорода	1мин 25 сек.

Градуировочная характеристика выражает зависимость площади пика на хроматограмме (мм^2) от массы меркаптана (мкг).

Примечание.

Сигнал пламенно-фотометрического детектора при детектировании сернистых веществ пропорционален корню квад-

ратному из значения массы серы, поскольку в пламени она образует молекулы димера S_2. Для преобразования этой зависимости в линейную электрометрический усилитель детектора (например, в современных моделях зарубежных хроматографов) снабжается соответствующим электронным блоком.

В отсутствиие такого дополнительного блока (например, в отечественных хроматографах) построение градуировочного графика для пламенно-фотометрического детектора осуществляют в логарифмическом масштабе, в координатах: lgS – lgm, где S – площадь пика на хроматограмме, мм^2; m – количество меркаптана в пикограммах (для удобства логарифмирования).

В описанных выше условиях градуировочные характеристики для обоих детекторов линейны в диапазоне содержаний меркаптанов от 0,0002 до 0,12 мкг.

7.3. Отбор проб

Отбор проб воздуха проводят согласно ГОСТу 17.2.3.01-86. Для определения максимально-разовой концентрации меркаптанов атмосферный воздух со скоростью 1,5 дм^3/мин аспирируют через стеклянную сорбционную трубку с полидифенилфталидом в течение 30 мин. После отбора трубки закрывают тефлоновыми заглушками. Для измерения 0,5 ПДК метилмеркаптана достаточно отобрать 45 дм^3 воздуха. Срок хранения экспонированных трубок – 3 дня (в холодильнике). Срок хранения сорбционных трубок с сорбентом до отбора проб – 10 дней.

8. Выполнение измерений

После отбора проб воздуха трубки с сорбентом помещают в термодесорбционное устройство. Десорбцию и анализ проводят в условиях установления градуировочной характеристики.

Идентификацию пиков меркаптанов на хроматограмме проводят по времени удерживания чистых веществ.

При использовании универсального фотоионизационного детектора проводят дополнительную групповую идентификацию сернистых соединений методом реакционно-сорбционного концентрирования примесей. Для этого параллельно отбирают вторую пробу воздуха, но перед сорбционной трубкой устанавливают короткую форколонку (4 см х 5 мм) из стекла. После отбора содержимое второй трубки анализируют, как описано выше. Сравнение первой и второй хроматограмм позволяет определить принадлежность пиков к углеводородам

или сернистым соединениям, поскольку форколонка задерживает сернистые соединения, и в концентратор проходят лишь углеводороды.

На полученной хроматограмме определяют площади пиков меркаптанов и по градуировочной характеристике определяют их массу.

9. Вычисление результатов измерений

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

$$C = \frac{m}{V_0}, \text{ где}$$

m – масса меркаптана, найденная по градуировочной характеристике, мкг;

V_0 – объем пробы воздуха, пропущенного через сорбционную трубку с сорбентом, приведенный к стандартным 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.;

V_t – объём пробы воздуха, дм^3;

t – температура воздуха в месте отбора проб, °С.

Методические указания разработаны А.Г.Малышевой, (НИИ экологии человека и гигиены окружающей среды им. А. Н. Сысина РАМН, г. Москва), Ю. С. Друговым, А. А. Беззубовым (Аналитический центр геологического института РАН, г. Москва).

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