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 4.1.616—96
Дата введения – с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методические указания по газохроматографическому определению одноосновных карбоновых кислот в атмосферном воздухе

Настоящие методические указания устанавливают газохроматографическую методику количественного химического анализа атмосферного воздуха для определения в нем содержания одноосновных карбоновых кислот (муравьиной, уксусной, пропионовой, масляной, валериановой, капроновой) в диапазоне концентраций 0,01—1,0 мг/м^3.

Таблица 1

Свойства определяемых веществ

Определяемое вещество	Формула	Молекулярная масса	Температура кипения, °С	Температура плавления, °С	Плотность при 20 °С, г/см^3
Муравьиная кислота	HCOOH	46,0	100,7	8,4	1,220
Уксусная кислота	CH_3COOH	60,1	118,1	16,6	1,049

Издание официальное

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

Продолжение таблицы 1

Определяемое вещество	Формула	Молекулярная масса	Температура кипения, °С	Температура плавления, °С	Плотность при 20 °С, г/см^3
Пропионовая кислота	CH_3CH_2COOH	74,1	141,1	-22,0	0,998
Масляная кислота	$CH_3(CH_2)_2COOH$	88,1	163,5	-7,9	0,959
Валериановая кислота	$CH_3(CH_2)_3COOH$	102,1	186,4	-34,5	0,939
Капроновая кислота	$CH_3(CH_2)_4COOH$	116,2	202,0	-1,5	0,929

Низкомолекулярные кислоты оказывают раздражающее действие, вызывают гиперимию слизистых оболочек верхних дыхательных путей и кожи.

Таблица 2

ПДК карбоновых кислот для атмосферного воздуха населенных мест

Определяемое вещество	ПДКм.р.	ПДКс.с.
Муравьиная кислота	0,200	
Уксусная кислота	0,200	0,060
Пропионовая кислота	0,015	
Масляная кислота	0,015	0,010
Валериановая кислота	0,030	0,010
Капроновая кислота	0,010	0,005

1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей ±23,6 %, при доверительной вероятности 0,95.

2. Метод измерений

Измерения концентрации одноосновных карбоновых кислот выполняют методом газовой хроматографии на приборе с капиллярной колонкой и пламенно-ионизационным детектором. Концентрирование кислот из воздуха осуществляют на пленочный сорбент, импрегнированный гидроокисью тетраэтиламмония, с последующим переводом солей кислот в бензиловые эфиры.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы - 1,0 мкг.

Определению не мешают: углеводороды, спирты, кетоны, альдегиды, простые и сложные эфиры.

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, снабженный пламенно-ионизационным детектором и приспособленный для работы со стеклянными капиллярными колонками (типа «Биохром-1» исполнение-1)	
Аспирационное устройство, модель 822	ТУ 64-1-862-74
Барометр-анероид М-67	ТУ 25-04-1797-75
Весы лабораторные ВЛА-200	ГОСТ 24104-80
Колбы мерные 2-100-2, 2-50-2	ГОСТ 1770-74Е
Линейка измерительная	ГОСТ 17435-72
Лупа измерительная	ГОСТ 25706-83
Меры массы	ГОСТ 7328-82Е
Микрошприц «Газохром-101»	ТУ 25.05-2152-76
Пипетки 8-2-0; 8-2-0,2; 1-2-1; 2-2-5; 2-2-10	ГОСТ 20292-74
Пробирки ПЧ-10-14/23, ПЧ-20-14/23	ГОСТ 25336-82
Секундомер, 3-го кл. точности	ГОСТ 5072-79
Стакан НН-150	ГОСТ 25336-82
Термометр типа ТМ-8 от -35 до +40 °С	ГОСТ 112-78Е
Электроаспиратор модель 822	ТУ 64-1-862-74

3.2. Вспомогательные устройства

Автотрансформатор лабораторный ЛАТР-1М	ТУ 16-517-214-69
Баня водяная	ТУ 64-4-623-72
Дистиллятор	ТУ 61-1-721-79
Колбовстряхиватель АВУ-1	ТУ 64-1-1081-73
Насос водоструйный вакуумный	ГОСТ 10696-75
Редуктор водородный	ТУ 26-05-463-76
Редуктор кислородный	ТУ 26-05-235-70
Резиновая груша	
Сорбционные трубки СТ-212 с 2 $см^3$ стеклянных гранул фракции 1—2 мм	ТУ 25-1110.039-82
Установка УНФ-1 для нанесения фазы	

Хроматографическая капиллярная колонка из стекла длиной 40—50 м, внутренним диаметром 0,40—0,45 мм	
Шкаф сушильный СНОЛ-3,5	ТУ 16-681.032-84

3.3. Материалы

Азот сжатый	ГОСТ 9293-74
Водород сжатый или электролизный от генератора водорода типа СГС-2	ГОСТ 3022-80
Воздух сжатый	ГОСТ 11882-73
Гелий сжатый	ГОСТ 20461-75
Фильтровальная бумага	

3.4. Реактивы

Ацетон, ч. д. а.	ГОСТ 2603-79
Бензил хлористый, х. ч.	ТУ 6-09-399-75
Дистиллированная вода	ГОСТ 6709-72
Калий хлористый, х. ч.	ГОСТ 4234-74
Кислота валериановая, ч.	ТУ 6-09-528-75
Кислота изомасляная, ч.	МРТУ-6-09-2238-65
Кислота капроновая, ч.	ТУ 6-09-126-75
Кислота масляная, ч.	ТУ 6-09-530-75
Кислота муравьиная, ч. д. а.	ГОСТ 5848-73
Кислота пропионовая, ч.	ТУ 6-01-989-80
Кислота уксусная ледяная, ч. д. а.	ГОСТ 61-75
Метанол, х. ч.	ГОСТ 6995-77
Метилен хлористый, ч.	ГОСТ 9968-73
Полиэтиленгликоль – 20М(ПЭГ) – неподвижная жидкая фаза	
Тетраэтиленаммоний гидроксид, ч.	ТУ 6-09-05-90-76
Трифторпропил (25 %) метилсиликон (СКТФТ-50-Х) – неподвижная жидкая фаза	
Четыреххлористый углерод, 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 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 хроматографической колонки и сорбционной трубки, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

7.1. Приготовление растворов

Исходный раствор кислот для градуировки (с = 2,0—3,0 мг/см^3). 20—30 см^3 10 % раствора гидроксида тетраэтиламмония помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, добавляют 100—150 мг карбоновой кислоты (С1-С6) и доводят объем до метки дистиллированной водой. Срок хранения раствора – 1 месяц.

Рабочий раствор кислоты (С1-С6) для градуировки (с = 0,02—0,03 мг/см^3). 1,0 см^3 исходного раствора кислоты помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем до метки 0,1 % раствором гидроксида тетраэтиламмония. Срок хранения раствора – 1 месяц.

Исходный раствор изомасляной кислоты (внутренний стандарт) для градуировки. 20—30 см^3 дистиллированной воды помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 100—120 мг изомасляной кислоты и доводят объем до метки дистиллированной водой. Срок ранения раствора – 1 месяц.

Рабочий раствор изомасляной кислоты (внутренний стандарт) для градуировки. 1,0 см^3 исходного раствора изомасляной кислоты помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 доводят до метки дистиллированной водой. Полученный раствор

переливают в стаканчик вместимостью 150 $см^3$ и титруют гидроксидом тетраэтиламмония до pH 10—11. Хранят раствор внутреннего стандарта в колбе с притертой пробкой до 1 месяца.

Тетраэтиламмоний гидроксид 10 % раствор. 10 г тетраэтиламмония гидроксида растворяют в 100 $см^3$ дистиллированной воды.

Тетраэтиламмоний гидроксид 2 % раствор. 2 г тетраэтиламмоний гидроксида растворяют в 100 $см^3$ дистиллированной воды.

Тетраэтиламмоний гидроксид 0,1 % раствор. 1,0 $см^3$ 10 % раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки дистиллированной водой.

Алкилирующий раствор. В пробирку П4-10 объемом 10,0 $см^3$ отвешивают 110—120 мг свежеперегнанного хлористого бензила и добавляют 5,0 $см^3$ обезвоженного над окисью кальция ацетона. Раствор хранят в пробирке П4-10 с притертой пробкой не более 5 дней.

Дезактивирующий раствор. 25,0 мг хлорида калия помещают в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, добавляют 15,0 мг ПЭГ-20М и доводят объём до метки метанолом. Компоненты смеси растворяют при лёгком нагревании на водяной бане.

Неподвижная жидкая фаза для хроматографической колонки. 50,0 мг ПЭГ-20М, 250 мг СКТФТ-50Х взвешивают в мерной колбе вместимостью 50 $см^3$ и добавляют до метки хлористый метилен. Полное растворение происходит при многократном нагревании на водяной бане до легкого кипения раствора и постоянном взбалтывании.

7.2. Подготовка хроматографической колонки и сорбционной трубки

Хроматографическую колонку промывают горячей дистиллированной водой, 5,0 $см^3$ метанола и заполняют дезактивирующим раствором. Один конец капиллярной колонки запаивают и растворитель выпаривают высокотемпературным статическим методом с помощью установки УНФ-1. Температуру термостата поддерживают 270 °С, а испарителя – 400 °С. Скорость движения капилляра через испаритель должна составлять 10—15 мм/сек. После того как весь капилляр войдет в термостат, колонку выдерживают в термостате 30 мин, затем обламывают запаянный конец и подсоединяют ее к току азота или гелия при давлении 0,1 мПа. Через 30 мин термостат охлаждают, а дезактивированную и охлажденную колонку заполняют раствором неподвижной фазы. Один конец колонки запаивают и производят нанесение неподвижной фазы с

помощью установки УНФ-1 (температура термостата - 200 °С, испарителя - 400 °С), далее как при дезактивации колонки.

Готовую колонку устанавливают в термостат хроматографа, не подключая к детектору, кондиционируют при постоянном подъеме температуры от начальной - 70 до 220 °С со скоростью 4 °/мин. При температуре 220 °С колонку тренируют в течение 30 мин. После охлаждения колонки ее подключают к детектору, записывают нулевую линию в рабочем режиме. При отсутствии дрейфа нулевой линии колонка готова к работе.

Сорбционную трубку промывают водой, высушивают при температуре 120—150 °С и обрабатывают раствором гидроксида тетраэтиламмония. Для этого конец трубки, содержащий стеклянные гранулы, опускают в пробирку с 2 % раствором гидроксида тетраэтиламмония и засасывают резиновой грушей такое его количество, чтобы весь слой гранул оказался пропитанным. Выдувают в пробирку излишки раствора и удаляют его остатки с наружной поверхности трубки фильтровальной бумагой. Подготовленную трубку хранят в пробирке ПЧ-20 с плотно закрытой пробкой в течение 10-ти суток.

7.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают методом внутреннего стандарта с учетом градуировочного коэффициента на градуировочных растворах карбоновых кислот. Она выражает зависимость площади пиков бензиловых эфиров кислот на хроматограмме ($мм^2$) от массы (мг) кислот и строится по 5-ти сериям растворов для градуировки. Для этого в пробирку ПЧ-10 вместимостью 10 $см^3$ помещают 0,1 $см^3$ рабочего раствора кислоты для градуировки, 1 $см^3$ рабочего раствора внутреннего стандарта и проводят алкилирование. Пробирку подсоединяют к водоструйному насосу, ставят на холодную водяную баню. Нагреватель водяной бани немедленно подключают к электросети через автотрансформатор, установленный так, чтобы через 45 мин нагрева температура воды в бане достигла 65±5 °С. После того как вода выпарится, нагрев бани выключают, пробирку отсоединяют и, для удаления следов воды, в нее добавляют пипеткой 0,2 $см^3$ обезвоженного ацетона, снова подключают к водоструйному насосу и помещают в нагретую водяную баню на 10 мин. К сухим солям кислот в пробирке пипеткой добавляют 0,1 $см^3$ алкилирующего раствора, закрывают пробкой и встряхивают в течение часа. Ацетон под легким током азота выпаривают и в пробирку последовательно приливают

100 мм^3 четыреххлористого углерода и 500 мм^3 дистиллированной воды. Через 5 мин 1 мм^3 органической части вводят в испаритель прибора и анализируют в следующих условиях:

температура детектора	280 °С
температура испарителя	280 °С
скорость программирования	4—6 °С/мин
начальная температура термостата колонок	60—80 °С
конечная температура термостата колонок	220 °С
расход газа-носителя	50±10 см^3/мин
скорость сброса газа-носителя на делителе потока	20±5 см^3/мин
скорость движения диаграммной ленты	300 мм/ч
шкала измерения тока	5 х 10^{-11} – 5 х 10^{-10} А

На полученной хроматограмме рассчитывают площади пиков бензиловых эфиров кислот и внутреннего стандарта. Градуировочные коэффициенты вычисляют как средние величины из 3-х определений по формуле:

$$k = \frac{Ki \cdot Scm \cdot Vcм}{Kcm \cdot Si \cdot Vcm}, \text{ где}$$

Ki – содержание i-й кислоты в искусственной смеси, мг/см^3;

Kcm – содержание стандарта, мг/см^3;

Vсм – объем градуировочной смеси, взятой для алкилирования, см^3;

Vcm – объем раствора внутреннего стандарта, см^3;

Si – площадь хроматографического пика бензилового эфира i-й кислоты, мм^2;

Scm – площадь хроматографического пика бензилового эфира изомасляной кислоты /внутреннего стандарта/, мм^2.

Ориентировочные градуировочные коэффициенты приведены в табл. 3. Градуировочные коэффициенты проверяют 1 раз в месяц.

Таблица 3

Ориентировочные градуировочные коэффициенты для кислот С1-С6

Кислота	С1	С2	С3	С4	С5	С6
ki	1,00	0,85	1,00	1,05	1,10	1,20

7.4. Отбор проб

Отбор проб воздуха проводят согласно ГОСТу 17.2.3.01-86. Сорбционную трубку устанавливают вертикально, к ее пустому концу присоединяют аспиратор и пропускают через слой гранул анализируемый воздух со скоростью 5 $дм^3$/мин. Объем отбираемого воздуха 100 $дм^3$. После отбора пробы трубки помещают в чистые пробирки и хранят не более 10 суток.

8. Выполнение измерений

Сорбционнкую трубку с пробой опускают в пробирку П4-10 концом, содержащим стеклянные гранулы, и вводят пипеткой внутрь трубки 1 $см^3$ раствора внутреннего стандарта. Прокачивают раствор 4—6 раз через слой гранул с помощью резиновой груши, вытесняют его остатки, вынимают трубку из пробирки, экстракт алкилируют (см. п. 7.3).

В испаритель прибора вводят 1,0 $мм^3$ раствора и анализируют в условиях установления градуировочной характеристики. На хроматограмме определяют площади пиков бензиловых эфиров кислот и рассчитывают массу i-й кислоты mi (мг) в пробе по формуле:

$$mi = ki \cdot Kcm \cdot Vcm \cdot \frac{Si}{Scm}, \text{ где}$$

обозначения см. в п. 7.3.

9. Вычисление результатов измерений

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

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

V_t – объем воздуха, отобранный для анализа при атмосферном давлении P (кПа) и температуре (°C), $дм^3$;

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

Методические указания разработаны Г. М. Гусевым, В. П. Соколовым (НПО «Синтез ПАВ», г. Волгодонск).

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