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 4.1.598—96
Дата введения – с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методические указания по газохроматографическому определению ароматических, серосодержащих, галогенсодержащих веществ, метанола, ацетона и ацетонитрила в атмосферном воздухе

Настоящие методические указания устанавливают газохроматографическую методику количественного химического анализа атмосферного воздуха для определения в нем содержания:

- ароматических соединений в диапазоне концентраций 0,001—0,05 мг/м^3;
- серосодержащих соединений в диапазоне концентраций 0,001—0,05 мг/м^3;
- галогенсодержащих соединений в диапазоне концентраций 0,001—0,05 мг/м^3;
- метанола в диапазоне концентраций 0,1—3,0 мг/м^3;
- ацетона в диапазоне концентраций 0,1—3,0 мг/м^3;
- ацетонитрила в диапазоне концентраций 0,1—3,0 мг/м^3.

Свойства веществ и гигиенические нормативы представлены в табл. 1.

Издание официальное

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

Таблица 1

Свойства веществ и их гигиенические нормативы

Вещество	Формула	Молекулярная масса	Т. кип., °С	Плотность, г/см^3	Растворимость, (г/л)			ПДК, мг/м^3		Класс опасности
					вода	этанол	эфир	м.р.	с.с.	
Метанол	CH_3OH	32,04	64,6	0,793	∞	∞	∞	1,0	0,5	3
Ацетон	C_3H_6O	58,08	56,2	0,791	∞	∞	∞	0,35	0,35	4
Ацетонитрил	CH_3CN	41,05	81,6	0,783	∞	∞	∞		0,1	3
Ароматические соединения										
Бензол	C_6H_6	78,0	80,0	0,879	0,72	∞	∞	1,5	0,1	2
Толуол	C_7H_8	92,0	110,0	0,867	0,57	∞	∞	0,6	0,6	3
Хлорбензол	C_6H_5Cl	112,0	132,0	1,107	0,49	∞	∞	0,1	0,1	3
Этилбензол	$C_6H_4C_2H_5$	106,2	136,2	0,867	0,14	∞	∞	0,02	0,02	–
+м-Ксилол	$C_6H_4(CH_3)_2$	106,1	138,3	0,861	Н.Р.	Л.Р.	Л.Р.	0,2	0,2	3
Стирол	$C_6H_5C_2H_3$	104,15	145,2	0,906	Т.Р.			0,04	0,002	3
о-Ксилол	$C_6H_4(CH_3)_2$	106,1	144,4	0,880	Н.Р.	Л.Р.	Л.Р.	0,2	0,2	3
Анилин	$C_6H_5NH_2$	93,14	93,1	1,022	34,0			0,05	0,03	2
Нитробензол	$C_6H_5NO_2$	123,0	210,9	1,200	1,9	Л.Р.	Л.Р.	0,008	0,008	–
Фенол	C_6H_5OH	98,0	182,0	1,054	67,0	∞	Л.Р.	0,01	0,003	2

Продолжение таблицы 1

Вещество	Формула	Молекулярная масса	Т. кип., °С	Плотность, г/см^3	Растворимость, (г/л)			ПДК, мг/м^3		Класс опасности
					вода	этанол	эфир	м.р.	с.с.	
Серосодержащие соединения										
Этилмеркаптан	C_2H_5SH	62,13	34,7	0,862	15,0	Р.	Р.	–	–	2
Диметилсульфид	$(CH_3)S$	62,13	36,0	0,845	Н.Р.	Р.	Р.	0,07	–	4
Диметилдисульфид	$(CH_3S)_2$	94,69	109,7	1,057	Н.Р.	∞	∞	0,7	–	–
Галогенсодержащие соединения										
1,1-дихлорэтилен	CH_2CCl_2	96,94	31,7	1,25	Н.Р.	∞	∞	8,0	–	4
Дихлорметан	CH_2Cl_2	84,93	40,1	1,336	20,2	∞	∞	8,0	–	4
Хлороформ	$CHCl_3$	119,37	61,26	1,498	8,2	∞	∞	–	0,03	4
Четыреххлористый углерод	CCl_4	153,81	76,8	1,632	0,8	∞	∞	4,0	0,7	2
Трихлорэтилен	$CHClCCl_2$	131,38	88,9	1,440	1,1	∞	∞	4,0	1,0	3
Тетрахлорэтилен	CCl_2CCl_2	165,82	121,2	2,983	М.Р.	∞	∞	0,5	0,06	3
Бромоформ	$CHBr_3$	252,75	150,5	2,891	20,3	∞	∞	–	0,05	3
Хладон 114В2 (1,2-дибром-1,1-2,2-тетрафторэтан)	$BrFCCBrF_2$	260,0	47,6	2,142	0,02	∞	∞	1000	–	–

1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений, при доверительной вероятности 0,95 с погрешностями, значения которых представлены в табл. 2.

Таблица 2

Нормы погрешностей определения веществ

Вещество	Норма погрешности, %
Метанол	18,5
Ацетон	20,7
Ацетонитрил	18,5
Фенол	19,8
Ароматические соединения	19,5
Серосодержащие соединения	21,7
Галогенсодержащие соединения	19,7

2. Метод измерений

Измерения концентраций выполняют методом газовой хроматографии с использованием:

- пламенно-ионизационного детектора (ПИД) для ароматических углеводородов, хлорбензола, метанола и ацетона;
- пламенно-фотометрического детектора (ПФД) для серосодержащих соединений;
- азотно-фосфорного детектора (NPД) для азотосодержащих ароматических соединений и ацетонитрила;
- детектора по захвату электронов (ЭЗД) для галогенсодержащих соединений.

Концентрирование соединений из воздуха осуществляют на твердый сорбент. Термодесорбцию проводят в испарителе прибора. Для ПИД, NPД, ПФД нижний предел обнаружения в объеме пробы – 0,0015 мкг, для ЭЗД нижний предел измерения в объеме пробы – 0,0008 мкг.

Определению не мешают: нормальные углеводороды, этиловый, пропиловый, бутиловый спирты.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

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

3.1. Средства измерений

Хроматограф с набором детекторов: ПИД, ПФД, NPД, ЭЗД	
Барометр анероид М-67	ТУ 2504-1797-75
Весы аналитические лабораторные ВЛА-22	ГОСТ 24104-80Е
Линейка измерительная	ГОСТ 17435-72
Лупа измерительная	ГОСТ 8309-75
Меры массы	ГОСТ 7328-82Е
Микрошприц МШ-10	ГОСТ 8043-74
Посуда мерная стеклянная	ГОСТ 1770-74Е, 20292-74Е
Секундомер СДС пр-1-2-000	ГОСТ 5072-79
Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2, пределы 0—100 °С, цена деления 1 °С	ГОСТ 215-73Е
Электроаспиратор М-822, погрешность ±10 %	ТУ 64-1-862-77

3.2. Вспомогательные устройства

Хроматографическая колонка из кварцевого стекла длиной 25 м, внутренним диаметром 0,3 мм с жидкой фазой SE-54 (толщина пленки 5 мк)

Сорбционная трубка из нержавеющей стали, длиной 82 мм, внутренним диаметром 4 мм и толщиной стенки 1 мм

Четырехходовой кран, соединенный с дополнительной съемной крышкой испарителя

Дистиллятор	ТУ 61-1-721-79
Редуктор водородный	ТУ 26-05-463-76
Редуктор кислородный	ТУ 26-05-235-70

Уплотняющее кольцо

Эксикатор

3.3. Материалы

Азот сжатый, о. с. ч	ГОСТ 9293-74
Водород сжатый	ГОСТ 3022-89
Воздух сжатый	ГОСТ 11888-73

Стекловата или стекловолокно

Сетка из нержавеющей стали

Стеклянные заглушки

Хлопчатобумажные перчатки

3.4. Реактивы

Анилин х. ч.	ГОСТ 5819-78
Ацетон, ч. д. а.	ГОСТ 2768-84
Бензол, х. ч.	ГОСТ 5955-75
Метанол, х. ч.	ГОСТ 6995-77
Нитробензол, х. ч.	ГОСТ 9728-79
Трихлорэтилен, х. ч.	ГОСТ 9976-83
Стирол, х. ч.	ГОСТ 10003-90
Углерод четыреххлористый, х. ч.	ГОСТ 20288-74
Фенол, х. ч.	ГОСТ 23519-79Е
Хладон 114В2	ГОСТ 15899-79
Хлорбензол, х. ч.	ГОСТ 646-73
Этилбензол, х. ч.	ГОСТ 9385-77
Толуол, х. ч.	ГОСТ 5789-78
1,2-Дихлорэтан, х. ч.	ТУ 6-09-2661-78
Дихлорметан, х. ч.	ТУ 6-09-2662-77
Дихлорэтилен, ч.	ТУ 6-09-2901-78
о-Ксилол, х. ч.	ТУ 6-09-915-76
м-Ксилол, х. ч.	ТУ 6-09-4556-77
п-Ксилол, х. ч.	ТУ 6-09-4609-78
Октан, х. ч.	ТУ 6-09-661-76
Тетрахлорэтилен, бромоформ, диметилсульфид, диметилдисульфид, ацетонитрил – реагенты для хроматографии	
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72
Полимерный сорбент Тенакс CG фирмы Altech Associates (США)	

4. Требования безопасности

4.1. При выполнении измерений с использованием газового хроматографа соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТом 12.1.019-79 и инструкцией по эксплуатации приборов, используемые в настоящей методике.

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

4.3. При съеме разогретой крышки испарителя на руки надеть хлопчатобумажные перчатки.

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 сорбционных трубок, подготовка газовой линии, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

7.1. Приготовление растворов

Исходный раствор № 1 этилмеркаптана, диметилсульфида, диметилдисульфида, ароматических и галогенсодержащих соединений для градуировки (с = 10 мг/см^3).

250 мг каждого соединения вносят в колбу вместимостью 25 см^3 доводят до метки ацетоном и тщательно пермешивают. Срок хранения – 1 месяц.

Исходный раствор № 2 метанола, ацетона, дихлорметана, ацетонитрила для градуировки (с = 10 мг/см^3).

250 мг каждого соединения вносят в колбу вместимостью 25 см^3, доводят до метки октаном. Срок хранения – 1 месяц.

Рабочие растворы № 3 этилбензола, стирола, анилина, нитробензола, фенола, хлороформа, тетрахлорэтилена, бромоформа, этилмеркаптана, диметилсульфида и диметилдисульфида для градуировки (с = 0,1 мг/см^3).

1 см^3 исходного раствора (№ 1) помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки ацетоном и тщательно перемешивают. Срок хранения – 1 месяц.

7.2. Подготовка хроматографической колонки и сорбционной трубки

Хроматографическую капиллярную колонку, не подключая к детектору, кондиционируют в токе газа-носителя (азот) с расходом 2,5 $см^3$/мин в течение 18 ч при температуре 250 °С. После охлаждения колонку подключают к детектору, записывают нулевую линию в рабочем режиме. При отсутствии мешающих влияний колонка готова к работе.

Сорбционную трубку заполняют 180 мг тенакс CG, активированного предварительно в течение 2-х часов при температуре 280 °С. Сорбент фиксируют в трубке с двух сторон стекловатой и сеткой из нержавеющей стали. Кондиционируют в токе газа-носителя (азот) с расходом 10 $см^3$/мин при температуре 250 °С в течение 6-ти часов. Трубки хранят в эксикаторе в течение двух недель.

7.3. Подготовка газовой линии к анализу

В схему газовой линии прибора подключают четырехходовой кран, один конец которого соединен с линией газа-носителя, второй – с верхом корпуса испарителя, третий – заглушен, четвертый выход соединяют с дополнительной съемной крышкой испарителя.

В дополнительной крышке испарителя устанавливают уплотняющее кольцо, герметизирующее сорбционную трубку во внутреннем объеме испарителя.

В первом положении крана газ-носитель поступает в испаритель через верх его корпуса и далее в капиллярную колонку, во втором положении – через дополнительную крышку, сорбционную трубку и также в капиллярную колонку.

В среднем положении крана поток газа-носителя прерывается и не поступает в испаритель и колонку.

7.4. Установление градуировочной характеристики

Градуировочные характеристики устанавливают на градуировочных растворах ароматических, серосодержащих, галогенсодержащих соединений, метанола, ацетона и ацетонитрила (эффективность сорбции-десорбции на сорбенте Тенакс составляет 95 %) методом абсолютной градуировки. Они выражают зависимость площади пика на хроматограмме ($мм^2$) от массы каждого соединения (мкг) и строятся 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 раствор (№ 3) для градуировки в соответствии с табл. 3, доводят объем ацетоном до метки и тщательно перемешивают.

Градуировочные растворы бензола, толуола, хлорбензола, четыреххлористого углерода, трихлорэтилена готовят в мерных колбах вместимостью 100 $см^3$. Для этого в каждую колбу вносят исходной раствор (№ 1) для градуировки в соответствии с табл. 4, доводят ацетоном до метки и тщательно перемешивают.

Градуировочные растворы метанола, ацетона, дихлорметана, ацетонитрила готовят в мерных колбах вместимостью 100 $см^3$. Для этого в каждую колбу вносят исходный раствор (№ 2) для градуировки в соответствии с табл. 5, доводят октаном до метки и тщательно перемешивают. В испаритель прибора вводят по 2, 5, 10 $мм^3$ каждого градуировочного раствора и анализируют в следующих условиях:

- температура термостата колонки программируется от 50 °С (7 мин изотерма) до 250 °С со скоростью 5 град/мин;
- температура испарителя - 250 °С;
- температура детектора - 250 °С;
- расход газа-носителя (азота) - 2 $см^3$/мин.

Таблица 3

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентраций этилбензола, стирола, анилина, нитробензола, фенола, хлороформа, тетрахлорэтилена, бромоформа, этилмеркаптана, диметилсульфида и диметилдисульфида

Номер раствора для градуировки	1	2	3	4	5
Объем рабочего раствора № 3 (с = 0,1 мг/$см^3$), $см^3$	1,0	3,0	6,0	10,0	50,0
Содержание вещества, мкг/$мм^3$	$1 \cdot 10^{-3}$	$3 \cdot 10^{-3}$	$6 \cdot 10^{-3}$	$10 \cdot 10^{-3}$	$50 \cdot 10^{-3}$

Таблица 4

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентраций бензола, толуола, хлорбензола, четыреххлористого углерода, трихлорэтилена, хладона 114В2

Номер раствора для градуировки	1	2	3	4	5
Объем исходного раствора № 1 (с = 10 мг/$см^3$), $см^3$	1	3	6	10	30
Содержание вещества, мкг/$мм^3$	0,1	0,3	0,6	1,0	3,0

Таблица 5

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентрации метанола, ацетона, дихлорметана и ацетонитрила

Номер раствора для градуировки	1	2	3	4	5
Объем исходного раствора № 2 (с = 10 мг/см^3), см^3	1	3	6	10	30
Содержание вещества, мкг/мм^3	0,1	0,3	0,6	1,0	3,0

Шкала измерителя тока усилителя ПИД и NPД - 10 х 10^{-12} А
Шкала измерителя тока усилителя ЭЗД - 256 х 10^{-11} А
Шкала загрубления усилителя ПФД - 8
Сброс газа-носителя в испаритель - 5 см^3/мин
Скорость движения диаграммной ленты - 240 мм/ч
Время удерживания компонентов:
Метанол - 2'08'', ацетонитрил - 2'55'', этилмеркаптан - 3'20'', ацетон - 3'23'', 1,1-дихлорэтилен - 4'06'', хладон 114В2 - 4'08'', дихлорметан - 4'18'', хлороформ - 7'54'', CCl4 - 10'18'', бензол - 10'18'', трихлорэтилен - 12'18'', толуол - 15'54'', тетрахлорэтилен - 18'12'', хлорбензол - 20'03'', этилбензол - 20'18'', п-,м-ксилолы - 20'47'', стирол - 20'48'', о-ксилол - 22'24'', анилин - 25'22'', нитробензол - 31'01''.

На полученных хроматограммах рассчитывают площади пиков компонентов и по средним результатам из 5-ти серий строят градуировочные характеристики. Градуировку проводят 1 раз в квартал и при смене реактивов. Для определения всего перечня соединений используют 4 сорбционные трубки (по одной для каждого детектора).

7.5. Отбор проб

Отбор проб воздуха проводят согласно ГОСТу 17.2.3.01-86. Воздух со скоростью 0,2 дм^3/мин аспирируют через каждую сорбционную трубку в течение 10 мин. После окончания отбора концы трубок фиксируют заглушками и помещают в чистые пробирки с притертыми пробками. Срок хранения проб - не более 1-х суток.

8. Выполнение измерений

При выходе прибора на режим вставляют трубку в уплотняющее кольцо съемной крышки испарителя, прерывают поток газа-носителя этим краном. Отвинчивая крышку на испарителе, быстро вводят в испаритель трубку, закрывают испаритель дополнительной крышкой и одновременно включают секундомер. Через 10 сек поворачивают кран-переключатель и газноситель через крышку испарителя направляют через трубку в хроматографическую колонку.

На хроматограмме рассчитывают площадь каждого пика и по градуировочному графику определяют массу вещества в пробе.

9. Вычисление результатов измерений

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

$$C = \frac{m}{V_0}, \text{ где}$$

m – масса вещества в пробе, найденная по градуировочной характеристике, мкг;

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

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

V_t – объем пробы воздуха, дм^3;

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

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

Методические указания разработаны А. Г. Малышевой, (НИИ экологии человека и гигиены окружающей среды, г. Москва) и Е. Е. Сотниковым (Всероссийский центр медицины катастроф «Защита», 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