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 4.1.597—96
Дата введения – с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методические указания по газохроматографическому определению анилина, N-метиланина, N,N-диметиланилина, О-толуидина, N-этиланилина, N,N-диэтиланилина, N-этил-О-толуидина, N,N-диэтил-М-толуидина в атмосферном воздухе

Настоящие методические указания устанавливают газохроматографическую методику количественного химического анализа атмосферного воздуха для определения в нем содержания N-алкиланилинов и толуидинов в диапазонах концентраций: анилина (А) – 0,02—8,80 мг/м^3, N-метиланилина (N-МА) – 0,028—6,60 мг/м^3, N-этиланилина (N-ЭА) – 0,008—6,60 мг/м^3, N,N-диметиланилина (N,N-ДМА) – 0,003—7,20 мг/м^3, N,N-диэтиланилина (N,N-ДЭА) – 0,007—7,20 мг/м^3, N-этил-орто-толуидина (N-ЭОТ) – 0,007—7,20 мг/м^3, орто-толуидина (ОТ) – 0,02—8,80 мг/м^3, N,N-диэтил-м-толуидина (N,N-ДЭМТ) – 0,013—8,80 мг/м^3.

Издание официальное

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

Таблица 1

Физико-химические свойства N-алкиланилинов и толуидинов

Вещество	Формула	Молек. масса уг. ед.	Внешний вид	Температура кип-я, °С	Плотность, г/см^3	Упругость пара, мм рт. ст.	Летучесть пара, мг/м^3	Растворимость
Анилин	$C_6H_5NH_2$	93,12	Маслянистая прозрачная светло-желтая жидкость	184,4	1,022—1,023	0,549	2791,69	Т. р. воде р. этаноле р. эфире р. бензоле р. хлороформе р. гексане
N-метиланилин	$C_6H_5NHCH_3$	107,5	Маслянистая прозрачная жидкость желтого цвета	195,7	0,9863	0,335	1960,15	Т. р. воде р. этаноле р. эфире р. бензоле р. хлороформе р. гексане
N,N-диметил-анилин	$(CH_3)_2NC_6H_5$	121,18	Маслянистая прозрачная бесцветная жидкость	193,5	0,956	0,359	2375,62	Т. р. воде р. этаноле р. эфире р. бензоле р. хлороформе р. гексане
N-этиланилин	$C_6H_5NHC_2H_5$	121,1	Маслянистая прозрачная жидк. с желтым оттенком	204,7	0,9626	0,226	1495,51	Т. р. воде р. этаноле р. эфире р. бензоле р. хлороформе р. гексане

Продолжение таблицы 1

Вещество	Формула	Молек. масса уг. ед.	Внешний вид	Температура кип-я, °С	Плотность, г/см^3	Упругость пара, мм рт. ст.	Летучесть пара, мг/м^3	Растворимость
N,N-диэтиланилин	$(C_2H_5)_2NC_6H_5$	149,23	Маслянистая прозрачная бесцветная жидкость	215,5	0,9351	0,141	1149,02	Т. р. воде р. этаноле р. эфире р. бензоле р. хлороформе р. гексане
О-толуидин	$CH_3C_6H_4NH_2$	107,15	Маслообразная прозр. жидк. от светло-желтого до красновато-коричневого цвета	199,7	0,999	0,281	1644,19	Т. р воде р. этаноле р. бензоле р. хлороформе р. гексане
N-этил-о-толуидин	$CH_3C_6H_4NHC_2H_5$	135,2	Маслянистая прозр. жидк. от светло-желтого до темно-вишневого цвета с фиолетовым оттенком	215—216	0,960	0,138	1018,91	Т. р. воде р. этаноле р. эфире р. бензоле р. хлороформе р. гексане
N,N-диэтил-м-толуидин	$CH_3C_6H_4N(C_2H_5)_2$	163,25	Маслянистая жидкость коричневого цвета	231,0	–	0,0714	637,2	Т р. воде р. этаноле р. эфире р. бензоле р. хлороформе

N-алкиланилины и толуидины являются политропными ядами с преимущественным действием на систему крови с нарушениями функций оксигемоглобина, с вторичным поражением нервной системы. ПДК ряда N-алкиланилинов и толуидинов в атмосферном воздухе составляют: для анилина – 0,05 мг/м^3, N-МА – 0,04 мг/м^3, N,N-ДМА – 0,0055 мг/м^3, N-ЭА – 0,01 мг/м^3, N,N-ДЭА – 0,01 мг/м^3, N-ЭОТ – 0,01 мг/м^3, ОБУВ для ОТ – 0,005 мг/м^3, N,N-ДЭМТ – 0,01 мг/м^3.

1. Погрешность измерений

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

2. Метод измерений

Измерения концентраций N-алкиланилинов и толуидинов в атмосферном воздухе выполняют методом газовой хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием. Концентрирование веществ из воздуха осуществляют на силикагель. Десорбцию проводят элюированием этанолом.

Нижний предел измерения:
анилина – 0,04 мкг,
N,N-диметиланилина – 0,02 мкг,
N-метиланилина – 0,06 мкг,
о-толуидина – 0,05 мкг,
N-этиланилина – 0,03 мкг,
N,N-диэтил-м-толуидина – 0,04 мкг,
N,N-диэтиланилина – 0,04 мкг,
N-этил-о-толуидина – 0,05 мкг.

Определению не мешают 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 с пламенно-ионизационным детектором
Барометр-анероид М-67 ТУ 2504-1797-75

Весы лабораторные аналитические ВЛР-200	ТУ 25-06.1131-79
Линейка измерительная	ГОСТ 17435-72
Лупа измерительная	ГОСТ 8309-75
Меры массы	ГОСТ 7328-82Е
Микрошприц МШ-10	ТУ 2.833.106
Посуда стеклянная лабораторная	ГОСТ 1770-74Е и 20292-74Е
Секундомер «Агат»	ГОСТ 5072-79
Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2; пределы 0—55 °С, цена деления 1 °С	ГОСТ 215-73Е
Электроаспиратор ЭА-1, погрешность 10 %, Госреестр № 5997-77	ТУ 25-11-1414-78

3.2. Вспомогательные устройства

Хроматографические колонки стальные 3000 х 3 мм	
Баня водяная	ТУ 61-1-28-50-76
Бюксы с притертыми пробками вместимостью 10 $см^3$	ГОСТ 7851-74
Вибратор	
Дистиллятор	ТУ 61-1-721-79
Набор сит «Физприбор»	ТУ 26-09-262-69
Редуктор водородный	ТУ 26-05-463-76
Редуктор кислородный	ТУ 26-05-235-70
Стеклянные U-образные трубки для заполнения силикагелем, для отбора проб воздуха (рис. 1)	
Фарфоровые чашки вместимостью 250 $см^3$	ГОСТ 9147-59
Фарфоровая ступка с пестиком	
Шкаф сушильный	ТУ 27-04-481-75
Эксикатор	

3.3. Материалы

Воздух сжатый	ГОСТ 11882-73
Водород сжатый	ГОСТ 3022-89
Гелий сжатый	ТУ 51-940-80
Стекловата или стекловолокно	
Стеклянные заглушки	

3.4. Реактивы

Анилин, ч. д. а.	ГОСТ 5819-78
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72
N-метиланилин технический	ТУ 6-02-571-81
N,N-диметиланилин, ч. д. а.,	ГОСТ 2168-83
N-этиланилин технический	ТУ 6214-12-37-77
N-этил-о-толуидин технический	ТУ 6-14-11-19-86
N,N-диэтиланилин технический	ТУ 6-14-1064-84
О-толуидин, ч. д. а.	ГОСТ 10205-73
N,N-диэтил-м-толуидин технический	ТУ 6-14-19-572-84
Серебро азотнокислое, ч. д. а.	ГОСТ 1277-75
Силикагель марок ШСМ, КМС, КСС, АСК	
Спирт этиловый, х. ч.	ГОСТ 10749.15-80
Силиконовый полимер 0V-25, производство фирмы «Chemapol», Чехия	
Силиконовый полимер 0V-1, производство фирмы «Chemapol», Чехия	
Хроматон N-AW, фракция 0,16—0,25 мм – носитель для газовой хроматографии, производство фирмы «Chemapol», Чехия	
Хроматон N-Супер, фракция 0,20—0,25 мм – носитель для газовой хроматографии, производство фирмы «Chemapol», Чехия	
Хлороводородная кислота, х. ч.	ГОСТ 3118-77
Хлороформ, х. ч.	ТУ 6-09-4263-76

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 следует соблюдать 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, рекомендуемых технической документацией к прибору.

7. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: приготовление растворов, приготовление хроматографической колонки и сорбционной трубки, установление градуировочной характеристики, отбор проб воздуха.

7.1. Приготовление растворов

Исходные растворы аминов для градуировки с концентрацией 1,0 мг/см^3.

50 мг соответствующего амина помещают в колбу вместимостью 50 см^3, объем доводят до метки этиловым спиртом и тщательно перемешивают. Срок хранения – 7 дней.

7.2. Подготовка сорбционной трубки

Силикагель марок ШСМ, КМС, КСС, АСК (для концентрирования может быть использована одна из марок силикагеля, указанных выше). Перед началом работы силикагель измельчают, промывают, отбирают фракции размером зерен 0,4—0,8 мм, кипятят 1 ч с раствором соляной кислоты, разведенной 1 : 1. Затем силикагель отмывают горячей дистиллированной водой до отрицательной реакции на ион хлора с азотнокислым серебром, высушивают при температуре 100 °С и активируют в сушильном шкафу при 150—200 °С. Хранят силикагель в закрытых склянках в эксикаторе. Стеклянные V-образные трубки заполняют силикагелем. Сорбент фиксируют с двух сторон тампонами из стекловаты.

7.3. Приготовление хроматографической колонки

Колонка с насадкой 0V-25: в колбу с притертой пробкой вносят 2,5 г 0V-25, 50—100 $см^3$ хлороформа, закрывают пробкой и оставляют на сутки для набухания. Затем растворяют 0V-25, доводя объем хдороформа до 150 $см^3$. В стеклянный стакан вносят 50 г твердого носителя хроматон N-AW фракции 0,16—0,20 мм и приливают к нему приготовленный раствор 0V-25 в хлороформе. Растворитель удаляют при нагревании на водяной бане и при перемешивании. Затем насадку переносят в фарфоровую чашку и сушат в сушильном шкафу при температуре 100—150 °С. Готовую насадку насыпают в колонку при легком ее постукивании. Колонку заполняют на вибраторе. Подготовленную колонку закрывают с обеих концов тампонами из стекловолокна и помещают в термостат хроматографа, не подсоединяя к детектору. Колонку тренируют при 250 °С при продувании газом-носителем со скоростью 20—30 $см^3$/мин в течение 20 ч.

Колонка с насадкой 0V-1: в колбу с притертой пробкой вносят 1,5 г 0V-1, заливают 50—100 $см^3$ хлороформа и т. д. (см. описание колонки с насадкой 0V-25). В качестве носителя используется хроматон N-Супер фракции 0,20—0,25 мм.

7.4. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают на градуировочных растворах аминов (эффективность сорбции-десорбции при использовании силикагеля составляет 95 %). Она выражает зависимость площади пика на хроматограмме ($мм^2$) от массы амина (мкг) и строится по 5-ти сериям растворов для каждого амина. Серию, состоящую из 5-ти растворов, готовят в мерных колбах вместимостью 50 $см^3$. Для этого в каждую колбу вносят исходный раствор для градуировки в соответствии с табл. 2, доводят обьём этиловым спиртом до метки и тщательно перемешивают. Растворы устойчивы в течение 4-х дней.

В испаритель прибора последовательно вводят градуировочные растворы каждого амина в количестве, указанном в таблице. Определение А, N-МА, N,N-ДМА, N-ЭА, N,N-ДЭМТ, ОТ проводят на хроматографической колонке 3000 х 3 мм, заполненной хроматоном N-AW, обработанным 5 % OV-25 при следующем режиме хроматографа:

температура термостата колонок - 110 °С

температура испарителя - 180 °С

расход газа-носителя (гелия) – 40 $см^3$/мин
расход водорода – 33 $см^3$/мин
расход воздуха – 300 $см^3$/мин
скорость диаграммной ленты – 240 мм/ч
чувствительность усилителя – 8

Время удерживания: спирт этиловый – 1 мин 30 с, анилин – 9 мин 47 с, N,N-ДМА – 12 мин 10 с, N-МА – 13 мин 05 с, ОТ – 14 мин 30 с, N-ЭА – 16 мин 35 с, N,N-ДЭМТ – 36 мин 15 с (рис. 2).

Определение N,N-ДЭА и N-ЭОТ осуществляют на колонке 3000 х 3 мм, заполненной хромотоном N-Супер фр. 0,20—0,25 мм, обработанной 3 % OV-1 при следующем рабочем режиме хроматографа:

температура термостата колонок – 110 °С
температура испарителя – 180 °С
расход газа-носителя (гелия) – 50 $см^3$/мин
расход водорода – 33 $см^3$/мин
расход воздуха – 300 $см^3$/мин
скорость диаграммной ленты – 240 мм/ч
чувствительность усилителя – 16

Время удерживания: N-ЭОТ – 20 мин 30 с, N,N-ДЭА – 21 мин 25 с (рис. 3).

На полученной хромотограмме рассчитывают площади пиков аминов и по средним результатам из 5-ти серий строят градуировочную характеристику для каждого амина. Градуировку проверяют 1 раз в квартал и при смене партии реактивов.

7.5. Отбор проб

Отбор проб воздуха проводят согласно ГОСТу 17.2.3.01-86.

Для определения разовой концентрации анализируемых аминов исследуемый воздух аспирируют через концентрирующую трубку, заполненную 50—70 мг силикагеля, со скоростью 3 $дм^3$/мин в течение 30 мин. Срок хранения отобранных проб – не более 1-х суток.

8. Выполнение измерений

Силикагель из сорбционной трубки переносят в бюкс с притертой пробкой и заливают 0,3—0,5 $см^3$ этилового спирта. Элюирование аминов продолжается 5 мин при комнатной температуре и периодическом встряхивании. Определения проводят на основной колонке, заполненной хроматоном N-AW + 5 % 0V-25. В хроматограф вводят 10 $мм^3$ пробы

Таблица 2

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентрации аминов

№ раствора для градуировки	1	2	3	4	5
Объём исходного раствора анилина (с = 1 мг/см^3), см^3	0,4	1,0	5,0	8,0	15,0
Масса анилина в 5 мм^3, мкг	0,04	0,1	0,5	0,8	1,5
Объём исходного раствора N-метиланилина (с = 1 мг/см^3), см^3	0,3	0,5	2,5	5	12,0
Масса N-метиланилина в 10 мм^3, мкг	0,06	0,1	0,5	1,0	2,4
Объём исходного раствора N-этиланилина (с = 1 мг/см^3), см^3	0,15	0,3	0,5	2,5	5
Масса N-этиланилина в 10 мм^3, мкг	0,03	0,06	0,1	0,5	1,0
Объём исходного раствора N,N-диметиланилина (с = 1 мг/см^3), см^3	0,1	0,25	0,5	2	4
Масса N,N-диметиланилина в 10 мм^3, мкг	0,02	0,05	0,1	0,4	0,8
Объём исходного раствора N,N-диэтиланилина (с = 1 мг/см^3), см^3	0,7	5,0	10,0	20,0	30,0
Масса N,N-диэтиланилина в 5 мм^3, мкг	0,07	0,5	1,0	2,0	3,0
Объём исходного раствора N-этил-о-толуидина (с = 1 мг/см^3), см^3	0,25	0,5	2,5	5,0	10,0
Масса N-этил-о-толуидина в 10 мм^3, мкг	0,05	0,1	0,5	1,0	2,0
Объём исходного раствора о-толуина (с = 1 мг/см^3), см^3	0,25	0,5	4,0	7,5	12,5
Масса о-толуидина в 10 мм^3, мкг	0,05	0,1	0,8	1,5	2,5
Объём исходного раствора N,N-диэтил-м-толуидина (с = 1 мг/см^3), см^3	0,2	0,5	4,0	6,0	8,0
Масса N,N-диэтил-м-толуидина в 10 мм^3, мкг	0,04	0,1	0,8	1,2	1,6

(элюата). Анализируемые вещества идентифицируют по времени выхода пиков.

В случае присутствия в пробе N,N-ДЭА и N-ЭОТ (время выхода 22—23 мин неразделенными пиками), разделение этих компонентов проводят на колонке, заполненной хроматоном N-Супер + 3 % 0V-1. С помощью измерительной линейки и измерительной лупы определяют высоту хроматографического пика и ширину пика на половине высоты. По полученным данным 5-ти измерений следует принять среднее значение по площади хроматографического пика.

9. Вычисление результатов измерений

Концентрацию (мг/м^3) аминов в воздухе рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{m \cdot V_1}{V_2 \cdot V_0}, \text{ где}$$

m – количество определяемого вещества, найденное по градуировочной характеристике, мкг;

V_1 – объем растворителя, использованного для экстракции аминов, мм^3;

V_2 – объем хроматографируемой пробы, мм^3;

V_0 – объем пробы воздуха, приведенный 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 месте отбора пробы, °С;

V_t – обьём пробы воздуха, дм^3.

Методические указания разработаны Н. В. Зайцевой, Т. С. Улановой, Т. Д. Карнажицкой, Т. В. Нурисламовой (Пермский политехнический институт).

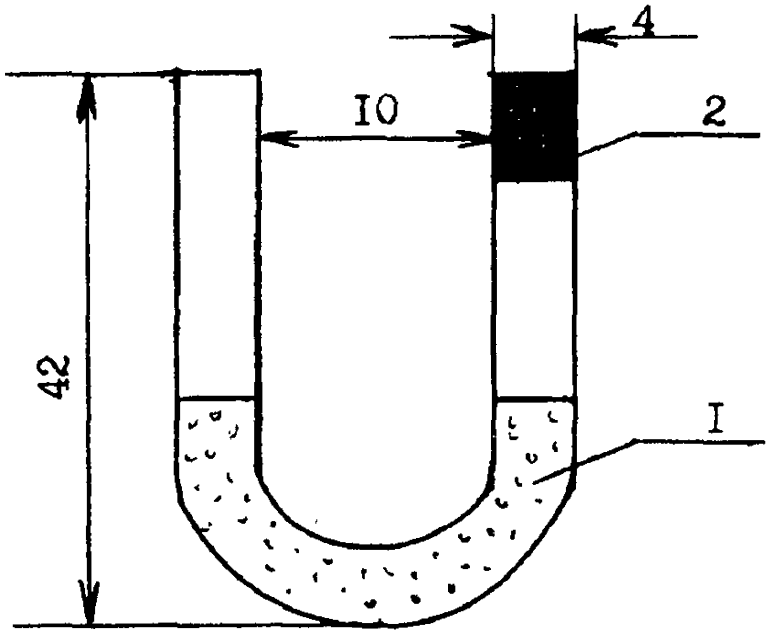


Рис. 1. *Трубка для отбора проб воздуха.*
1 – силикагель; 2 – тампон из стекловолокна.

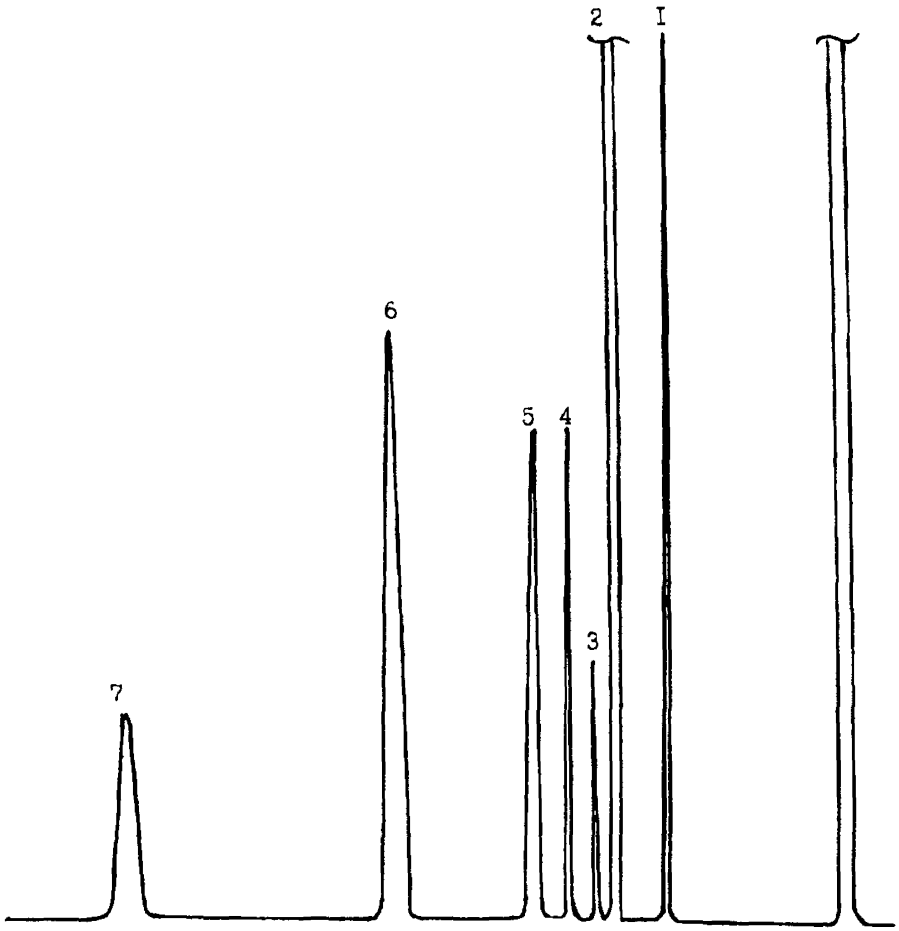


Рис. 2. *Хроматограмма N-алкиланилинов и толуидинов на колонке, закрепленной Хроматоном N-AW + 5 % OV-25.*

1 – анилин, 2 – диметиланилин, 3 – метиланин, 4 – о-толуидин, 5 – этиланилин, 6 – диэтиланилин + этил-о-толуидин, 7 – диэтил-м-толуидин.

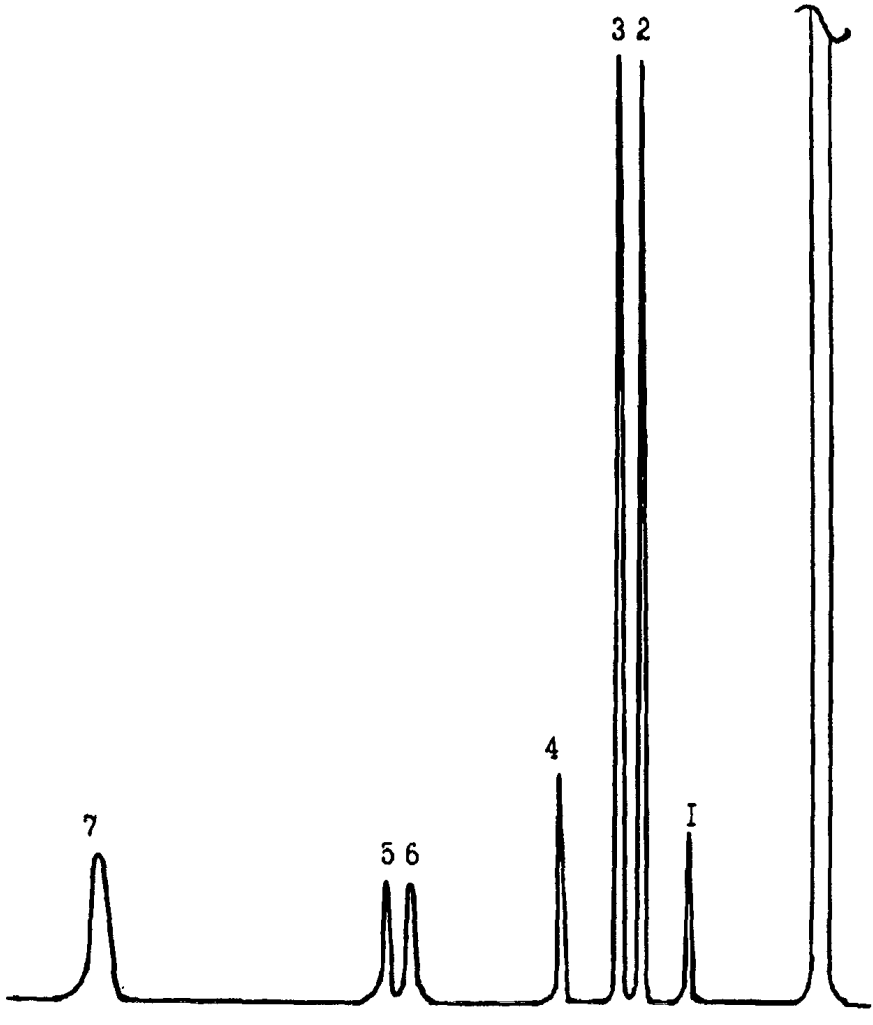


Рис. 3. *Хроматограмма N-алкиланилинов и толуидинов на колонке заполненной Хроматоном N-Супер + 3 % OV-1.*

1 - анилин, 2 - метиланин, 3 - диметиланилин + о-толуидин, 4 - этиланилин, 5 - этил-о-толуидин, 6 - диэтиланилин, 7 - диэтил-м-толуидин.

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