

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

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: Мальшева А. Г. (руководитель), Зиновьева Н. П., Суворова Ю. Б., Растяйников 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 адмантана в атмосферном воздухе. МУК 4.1.591—96	8
Методические указания по газохроматографическому определению 2-аллилэтилового спирта в атмосферном воздухе. МУК 4.1.592—96	14
Методические указания по определению аминифенилуксусной 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 серноокислого и аммония надсерноокислого в атмосферном воздухе по иону аммония. МУК 4.1.596—96	41
Методические указания по газохроматографическому определению анилина, N-метиланилина, N,N-диметиланилина, O-толуидина, N-этиланилина, N,N-диэтиланилина, N-этил-O-толуидина, N,N-диэтил-M-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 бензола 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

МУК 4.1.591—4.1.645—96, 4.1.662—97, 4.1.666—97

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 метилалля 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 метилголуилата в атмосферном воздухе. МУК 4.1.626—96	282
Методические указания по газохроматографическому определению метилформиата в атмосферном воздухе. МУК 4.1.627—96	290

МУК 4.1.591—4.1.645—96, 4.1.662—97, 4.1.666—97

Методические указания по фотоколориметрическому определению 2-нафта в атмосферном воздухе. МУК 4.1.628—96	297
Методические указания по фотоколориметрическому определению нитрилов (C10—C16) 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 – за-
меститель Главного государственного
санитарного врача Российской
Федерации

С. В. Семенов

31 октября 1996 г.

Дата введения – с момента утвер-
ждения

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 ПДК_{м.р.} и суммарной погрешностью, не превышающей 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 — за-
местителем Главного государствен-
ного санитарного врача Российской
Федерации

31 октября 1996 г.

МУК 4.1.598—96

Дата введения — с момента утвер-
ждения

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 газохро-
матографическую методику количественного химического
анализа атмосферного воздуха для определения в нем содер-
жания:

- ароматических соединений в диапазоне концентраций 0,001—0,05 мг/м³;
- серосодержащих соединений в диапазоне концентраций 0,001—0,05 мг/м³;
- галогенсодержащих соединений в диапазоне концентраций 0,001—0,05 мг/м³;
- метанола в диапазоне концентраций 0,1—3,0 мг/м³;
- ацетона в диапазоне концентраций 0,1—3,0 мг/м³;
- ацетонитрила в диапазоне концентраций 0,1—3,0 мг/м³.

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 ₃ OH	32,04	64,6	0,793	∞	∞	∞	1,0	0,5	3
Ацетон	C ₃ H ₆ O	58,08	56,2	0,791	∞	∞	∞	0,35	0,35	4
Ацетонитрил	CH ₃ CN	41,05	81,6	0,783	∞	∞	∞		0,1	3
Ароматические соединения										
Бензол	C ₆ H ₆	78,0	80,0	0,879	0,72	∞	∞	1,5	0,1	2
Толуол	C ₇ H ₈	92,0	110,0	0,867	0,57	∞	∞	0,6	0,6	3
Хлорбензол	C ₆ H ₅ Cl	112,0	132,0	1,107	0,49	∞	∞	0,1	0,1	3
Этилбензол	C ₆ H ₄ C ₂ H ₅	106,2	136,2	0,867	0,14	∞	∞	0,02	0,02	—
+м-Ксилол	C ₆ H ₄ (CH ₃) ₂	106,1	138,3	0,861	Н.Р.	Л.Р.	Л.Р.	0,2	0,2	3
Стирол	C ₆ H ₅ C ₂ H ₃	104,15	145,2	0,906	Т.Р.			0,04	0,002	3
о-Ксилол	C ₆ H ₄ (CH ₃) ₂	106,1	144,4	0,880	Н.Р.	Л.Р.	Л.Р.	0,2	0,2	3
Анилин	C ₆ H ₅ NH ₂	93,14	93,1	1,022	34,0			0,05	0,03	2
Нитробензол	C ₆ H ₅ NO ₂	123,0	210,9	1,200	1,9	Л.Р.	Л.Р.	0,008	0,008	—
Фенол	C ₆ H ₅ OH	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 ₂ H ₅ SH	62,13	34,7	0,862	15,0	Р.	Р.	–	–	2
Диметилсульфид	(CH ₃) ₂ S	62,13	36,0	0,845	Н.Р.	Р.	Р.	0,07	–	4
Диметилдисульфид	(CH ₃) ₂ S ₂	94,69	109,7	1,057	Н.Р.	∞	∞	0,7	–	–
Галогенсодержащие соединения										
1,1-дихлорэтилен	CH ₂ CCl ₂	96,94	31,7	1,25	Н.Р.	∞	∞	8,0	–	4
Дихлорметан	CH ₂ Cl 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 ₂ CCl 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 114В2ВrFCCBrF ₂ (1,2-дибром-1,1-2,2-тетрафторэтан)		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 (НРД) 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, НРД, 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, НРД, ЭЗД	
Барометр aneroid 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 допол- нительной 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, бромформ, 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 ($c = 10 \text{ мг/см}^3$).

250 мг каждого соединения вносят в колбу вместимостью 25 см³ доводят до метки ацетоном и тщательно перемешивают. Срок хранения – 1 месяц.

Исходный раствор № 2 метанола, ацетона, дихлорметана, ацетонитрила для градуировки ($c = 10 \text{ мг/см}^3$).

25 см³ каждого соединения вносят в колбу вместимостью 25 см³, доводят до метки октаном. Срок хранения – 1 месяц.

Рабочие растворы № 3 этилбензола, стирола, анилина, нитробензола, фенола, хлороформа, тетрахлорэтилена, бромформа, этилмеркаптана, диметилсульфида и диметилдисульфида для градуировки ($c = 0,1 \text{ мг/см}^3$).

1 см³ исходного раствора (№ 1) помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, 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 $2,5 \text{ см}^3/\text{мин}$ в течение 18 ч при температуре $250 \text{ }^\circ\text{C}$. 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 СG, активированного предварительно в течение 2-х часов при температуре $280 \text{ }^\circ\text{C}$. Сорбент фиксируют в трубке с двух сторон стекловатой и сеткой из нержавеющей стали. Кондиционируют в токе газа-носителя (азот) с расходом $10 \text{ см}^3/\text{мин}$ при температуре $250 \text{ }^\circ\text{C}$ 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 см³. 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 см³. Для этого в каждую колбу вносят исходный раствор (№ 2) для градуировки в соответствии с табл. 5, доводят оканом до метки и тщательно перемешивают. В испаритель прибора вводят по 2, 5, 10 мм³ 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 см³/мин.

Таблица 3

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

Номер раствора для градуировки	1	2	3	4	5
Объем рабочего раствора № 3 ($c = 0,1 \text{ мг/см}^3$), 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 ($c = 10 \text{ мг/см}^3$), 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 НРД - 10×10^{-12} А

Шкала измерителя тока усилителя ЭЗД - 256×10^{-11} А

Шкала заглубления усилителя ПФД - 8

Сброс газа-носителя в испаритель - 5 см³/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'', СС14 - 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 дм³/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 газ-носитель 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 ($\text{мг}/\text{м}^3$) 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, $^{\circ}\text{C}$.

Методические указания разработаны А. Г. Мальшевой, (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.

Формат 60x88/16.

Подписано в печать 17.09.97

Тираж 5000 экз.

Печ. л. 28,5
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