

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**

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

M54

M54 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., Растворников 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 атамантана в атмосферном воздухе. МУК 4.1.591—96 | 8 |
| Методические указания по газохроматографическому определению 2-аллилоксизтилового 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, 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 бензозола 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 высокоеффективной 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 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-нафтола 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 пропиленбензола, 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, хлорводорода 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 |

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

УТВЕРЖДАЮ

Первый заместитель Председателя
Госкомсанэпиднадзора России – за-
меститель Главного государствен-
ного 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 низким пределом обнаружения не выше 0,8 ПДКм.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 – заместителем Главного государственного санитарного врача Российской Федерации

31 октября 1996 г.

МУК 4.1.623—96

Дата введения - с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методические указания по газохроматографическому определению метил- и этилмеркаптанов в атмосферном воздухе

Настоящие методические указания устанавливают газохроматографическую методику количественного химического анализа атмосферного воздуха для раздельного определения в нём содержания метил- и этилмеркаптанов в диапазоне концентраций 7×10^{-6} — 5×10^{-2} мг/м³.

CH₃SH Мол. масса 48,10

Метилмеркаптан (ММК) – газ с резким, специфическим запахом. Температура кипения – 5,95 °С, плотность – 0,8665 г/дм³. Хорошо растворим в органических растворителях. Растворимость в воде – 0,0233 г/см³.

Метилмеркаптан обладает высокой токсичностью, относится к 2-му классу опасности. Максимальная разовая ПДК для атмосферного воздуха населенных мест составляет 1×10^{-4} мг/м³.

C₂H₅SH Мол. масса 62,13

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

Этилмеркаптан (ЭМК) – бесцветная прозрачная жидкость с резким, специфическим запахом. Температура кипения – 35 °С, плотность – 0,8391 г/см³, температура плавления – 144,4 °С. Хорошо растворим в органических растворителях. Растворимость в воде – 0,015 г/см³. В воздухе находится в виде паров.

Этилмеркаптан обладает высокой токсичностью, относится к 3-му классу опасности. ОБУВ для воздуха населённых мест составляет 5×10^{-5} мг/м³.

1. Погрешность измерений

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

2. Метод измерений

Измерения концентраций метил- и этилмеркаптанов выполняют методом газожидкостной хроматографии с пламенно-фотометрическим детектированием. Концентрирование компонентов осуществляют на охлаждаемый жидким азотом твёрдый сорбент. Десорбцию вещества с сорбента проводят термодесорбией.

Нижний предел измерения в анализируемом объёме пробы – 0,00006 мкг (по сере).

Определению не мешают: сероводород, сернистый ангидрид, серный ангидрид, диметилсульфид, диметилдисульфид, сероокись углерода, сероуглерод, органические соединения, не содержащие серы.

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 лабораторный серии «Цвет-500» с пламенно-фотометрическим детектором или другой модели

Весы аналитические лабораторные, 2-го класса типа ВЛР-200, ВЛА-200

ГОСТ 24104-88

Газовые бюретки, вместимостью 100, 200, 1000 см³

ГОСТ 1770-74

МУК 4.1.623—96

| | |
|---|-----------------|
| Газовый счетчик барабанного типа ГСБ | ТУ 2504-2261-75 |
| Колбы мерные вместимостью 25, 50, 100 см ³ | ГОСТ 25366-82 |
| Линейка измерительная | ГОСТ 8.222-76 |
| Лупа измерительная ЛИ-6 | ГОСТ 25706-83 |
| Меры массы Г-2-210 | ГОСТ 7328-88 |
| Микрошипцизы МШ-1, МШ-10, МШ-10М | ТУ 2.833.106 |
| Секундомер типа СДС пр-1-2-000 | ГОСТ 5072-79 |
| Термометр ТЛ-4, верхний предел измерений 150 °C | ГОСТ 215-73 |
| Установка динамического смешения «Микрогаз-1» | ТУ 2.956-057 |
| Шприцы медицинские, вместимостью 1, 5, 10 см ³ | ТУ 64-1-378-83 |

3.2. Вспомогательные устройства

| | |
|--|-------------------|
| Хроматографические колонки из фторопласта (Ф-4Д) длиной 4 м и 2 м, внутренний диаметр 4 мм | ГОСТ 22056-76 |
| Баня водяная или песчаная | ТУ 46-775-75 |
| Дистиллятор | |
| Микронагреватель типа МР5-4Г, производительность не менее 100 дм ³ /мин | ТУ 333-1080 |
| Обогатительное устройство (из комплекта ЗИП хроматографа) | |
| Печь муфельная ПМ-4 | ТУ 79-337-77 |
| Редуктор водородный | ТУ 26-05-463-76 |
| Редуктор кислородный | ТУ 26-05-235-70 |
| Сорбционная колонка из фторопласта (Ф-4Д) длиной 25 см, внутренний диаметр 4 мм | |
| Сосуд криогенный СК-6, СК-10 | ТУ 26-04-622-88 |
| Стаканы для взвешивания, вместимостью 25, 50 см ³ | ГОСТ 25366-82 |
| Стеклянный патрон, вместимостью 50—200 см ³ | |
| Чашка выпарительная № 4 или № 5 | ГОСТ 9147-80 |
| Шкаф сушильный вакуумный типа ШС | ТУ 25-02-21088-78 |

3.3. Материалы

| | |
|------------------------------|-----------------------------|
| Азот сжатый или гелий сжатый | ГОСТ 9293-84 ТУ 51940-80 |
| Азот жидккий | |
| Водород сжатый | ГОСТ 3022-80 |

Воздух сжатый
Стекловата

3.4. Реактивы

| | |
|--|-------------------|
| Ангидрон, ч. | ТУ 6-09-3880-75 |
| Вода дистиллированная | ГОСТ 6709-72 |
| Гептан, х. ч. | ТУ 6-09-06-522-75 |
| Диоктилфталат 20 % на хроматоне N-AW-DMCS зернением 0,16—0,22 мм, готовая фаза (производство «Лахема», Чехия) | |
| Метилмеркаптан, производство Шеринг-Кахльбаум АГ, Германия или производства АО «Волжский оргсинтез» (чистота более 98 %) | |
| Спирт этиловый ректификат | ГОСТ 17299-78 |
| Полисорб-1 зернением 0,25—0,5 мм | |
| Этилмеркаптан, производство Шеринг-Кахльбаум АГ, Германия или производства АО «Волжский оргсинтез» (чистота более 98 %) | ТУ 6-09-13-311-74 |

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 $(20 \pm 10)^\circ\text{C}$, 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 хроматографических и сорбционной колонок, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

7.1. Подготовка хроматографических и сорбционной колонок

Хроматографические и сорбционные колонки перед заполнением насадками промывают дистиллированной водой, этиловым спиртом, продувают инертным газом и высушивают в сушильном шкафу при температуре 200 °С в течение 1 ч. Заполнение хроматографических колонок готовой насадкой проводят под вакуумом. Концы колонок закрывают стекловатой и, не подключая к детектору, кондиционируют в токе газоснителя с расходом 60–70 см³/мин при температуре 100 °С в течение 6 ч. После охлаждения колонки подключают к детектору, записывают нулевую линию в рабочем режиме. При отсутствии дрейфа нулевой линии колонки готовы к работе.

Заполнение сорбционной колонки насадкой проводят вручную, при лёгком постукивании палочкой. Длина слоя насадки (полисорб-1) в колонке 16,0 см. Концы колонки закрывают стекловатой и кондиционируют в условиях кондиционирования хроматографических колонок.

Колонку хранят в закрытой ёмкости 1 неделю.

7.2. Монтаж готовой схемы

Хроматографическую колонку длиной 2,0 м, сорбционную колонку, кран обогатительного устройства и хроматографическую колонку длиной 4,0 м соединяют последовательно в соответствии со схемой (см. рис.).

7.3. Приготовление растворов

Исходный раствор сероуглерода для градуировки (с = 8,0 мг/см³). 800 мг сероуглерода вносят в колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки гептаном и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора – не более 10 дней.

Рабочий раствор сероуглерода для градуировки (с = 0,08 мг/см³). 1,0 см³ исходного раствора сероуглерода помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объём до метки гептаном

и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора – не более 10 дней.

7.4. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают методом абсолютной градуировки на градуировочных растворах сероуглерода. Она выражает логарифмическую зависимость площади пика сероуглерода на хроматограмме (мм^2) от массы сероуглерода (мкг) и строится 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 рабочий раствор для градуировки в соответствии с табл. 1, доводят объём до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 1

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентрации метил- и этилмеркаптанов

| Номер раствора для градуировки | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
|--|---------|---------|---------|---------|--------|
| Объём рабочего раствора ($c = 0,08 \text{ мг}/\text{см}^3$), см^3 | 0,1 | 0,3 | 0,5 | 0,7 | 1,0 |
| Масса сероуглерода в 1 мм^3 , мкг | 0,00008 | 0,00024 | 0,00040 | 0,00056 | 0,0008 |

| | |
|--|-------------------------------|
| В испаритель прибора вводят по 1 мм^3 каждого градуировочного раствора и анализируют в следующих условиях: | |
| температура термостата колонок | $70 \text{ }^\circ\text{C}$ |
| температура крана обогатительного устройства | $120 \text{ }^\circ\text{C}$ |
| температура переходника (кран обогатительного устройства-термостат) | $150 \text{ }^\circ\text{C}$ |
| температура щелевой печи | $125 \text{ }^\circ\text{C}$ |
| расход газа-носителя | $60 \text{ см}^3/\text{мин}$ |
| расход водорода | $65 \text{ см}^3/\text{мин}$ |
| расход воздуха | $130 \text{ см}^3/\text{мин}$ |
| детектор с фильтром с полосой пропускания | 490 нм |
| скорость движения диаграммной ленты | 720 $\text{мм}/\text{ч}$ |

На полученной хроматограмме рассчитывают площадь пика сероуглерода и по средним результатам из 5-ти серий строят градуировочную характеристику в координатах $\lg S$ — $\lg m$. Проверка градуировочной характеристики проводится 1 раз в квартал или при смене партии реактивов.

Градуировочную характеристику возможно установить на стандартных паровоздушных смесях метил(этил)меркаптан — воздух (азот), полученных с использованием установки динамического смешения «Микрогаз-1».

Для этого УДС «Микрогаз» подключают к газовой схеме хроматографа (выход «градуировочная смесь» УДС «Микрогаз» подсоединяют к входу сорбционной колонки), кран обогатительного устройства устанавливают в положение «отбор пробы» и пропускают последовательно 5, 10, 15, 20, 30, 40, 50 dm^3 газовой смеси через охлаждаемую сорбционную колонку. Сорбционную колонку с отобранной стандартной смесью, не вынимая из сосуда Дьюара (охлаждение колонки), присоединяют к входу хроматографической колонки длиной 2 м и крану 5 (см. рис.). После этого сорбционную колонку вынимают из сосуда Дьюара, через 2,5—3,0 мин помещают в печь обогатительного устройства при температуре 125 °С на 1,0—1,5 мин, переключают кран 5 в положение «продувка» и проводят анализ в условиях хроматографирования градуировочных растворов.

7.5. Отбор проб

Отбор проб воздуха проводят согласно ГОСТу 17.2.3.01-86.

Соединяют последовательно сорбционную колонку, аспирационное устройство и газовый счётчик. На вход устанавливают влагопоглотитель (стеклянный патрон, наполовину заполненный высушенным при 80—90 °С ангидроном). Сорбционную колонку помещают в сосуд Дьюара с жидким азотом. Через сорбционную колонку аспирируют 20 dm^3 воздуха, фиксируя при этом объём по газовому счётчику. После отбора отсоединяют сорбционную колонку от аспиратора и газового счётчика. Срок хранения пробы — не более суток. Проба хранится и транспортируется только в сосуде Дьюара с жидким азотом.

Если требуется незначительное концентрирование пробы воздуха (на 1—2 порядка), допускается отбор в газовые пипетки с последующим введением шприцем 100—200 cm^3 пробы из газовой пипетки в сорбционную колонку, смонтированную в схеме (см. рис.) хроматографа и охлаждаемую жидким азотом.

8. Выполнение измерений

После отбора пробы воздуха сорбционную колонку, не вынимая из сосуда Дьюара, присоединяют к входу хроматографической колонки длиной 2 м к крану 5 (см. рис.) в положение «отбор пробы». Далее анализируют пробу в условиях стандартных паровоздушных смесей согласно п. 7.4.

В этих условиях время удерживания метилмеркаптана – около 2 мин, этилмеркаптана – около 4 мин.

На хроматограмме рассчитывают площади пиков метил- и этилмеркаптанов. Массы метил- и этилмеркаптана в пробе находят путём умножения найденной по градуировочной характеристике массы сероуглерода на соответствующий коэффициент. Для метилмеркаптана коэффициент равен 1,26, для этилмеркаптана – 1,63.

9. Вычисление результатов измерений

Концентрацию метил- и этилмеркаптанов в атмосферном воздухе ($\text{мг}/\text{м}^3$) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{m}{V_0}, \text{ где}$$

m – масса метил- и этилмеркаптанов, рассчитанная согласно п. 8, мкг;

V_0 – объём пробы воздуха, приведённый 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 местах отбора проб, $^{\circ}\text{С}$;

V_t – объём пробы воздуха, дм^3 .

Методические указания разработаны М. Т. Джапаридзе, Н. А. Просвирниковой (НИИ «Синтез», г. Москва), Ю. И. Толчинским (ЦАО, г. Долгопрудный).

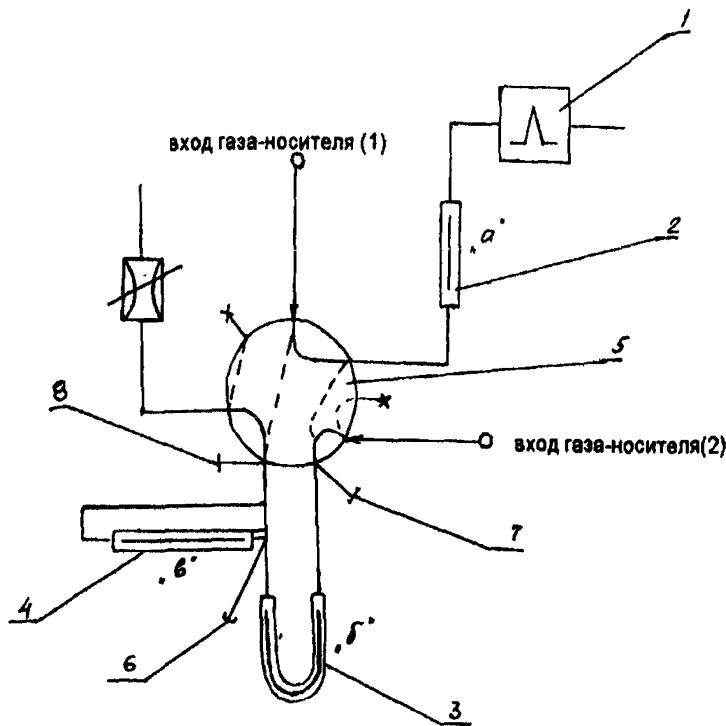


Рис. 1. Схема соединения колонок.

1 - пламенно-фотометрический детектор, 2 - разделительная колонка (колонка «а»), 3 - сорбционная колонка (колонка «б»), 4 - защитная колонка (колонка «в»), 5 - кран обогатительного устройства, 6, 8 - хроматографические тройники (для ввода пробы в различные точки газовой системы).

Кран и переходники термостированы при температуре 170 °С.

**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**