

**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(-)- $\alpha$ -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 $\beta$ -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 — за-  
местителем Главного государствен-  
ного санитарного врача Российской  
Федерации

31 октября 1996 г.

МУК 4.1.643—96

Дата введения — с момента утвер-  
ждения

## 4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Методические указания по  
ионохроматографическому определению хлора,  
брома, хлороводорода и бромоводорода в  
атмосферном воздухе**

Настоящие методические указания устанавливают ионохро-  
матографическую методику количественного химического  
анализа атмосферного воздуха для определения в нем содер-  
жания хлора, брома, хлороводорода и бромоводорода в диапа-  
зонах концентраций соответственно: 0,024—0,45 мг/м<sup>3</sup>; 0,032—  
0,6 мг/м<sup>3</sup>; 0,16—3,0 мг/м<sup>3</sup>; 0,08—1,5 мг/м<sup>3</sup>.

Физико-химические свойства определяемых веществ:

Вещество	Cl <sub>2</sub>	Br <sub>2</sub>	HCl	HBr
Мол. масса	71,0	159,83	36,5	80,91
Агрегатное составление	газ	жидкость	газ	газ
Плотность, г/дм <sup>3</sup>	3,214	3102,0	1,639	3,644
Температура кипения, °C	-34,1	59,82	-85,1	-67,0

Издание официальное

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

## МУК 4.1.643—96

Вещество	Cl <sub>2</sub>	Br <sub>2</sub>	HCl	HBr
Температура плавления, °С	-101,0	-7,25	-114,2	-86,91
Растворимость: а) в воде (г/100 г) б) в четыреххлористом углероде	0,74 (20°C) хорошо	3,58 (20°C) хорошо	56,1 (60°C) не растворим	120 (10°C) не растворим
Летучесть, мг/дм <sup>3</sup>	-	1,39	-	-

Хлор – зеленовато-желтый газ с резким запахом, сильно-действующее ядовитое вещество, относится к 2-му классу опасности. ПДКм.р. для атмосферного воздуха населенных мест – 0,1 мг/м<sup>3</sup>, ПДКс.с – 0,03 мг/м<sup>3</sup>.

Бром – тяжелая жидкость красно-бурого цвета, яд. Вызывает ожоги кожи, слезотечение, кашель, головную боль. Раздражает дыхательные пути, относится к 2-му классу опасности. ПДКс.с. для атмосферного воздуха населенных мест – 0,04 мг/м<sup>3</sup>.

Хлороводород – при обычных условиях бесцветный газ с резким запахом. Вызывает раздражение слизистых оболочек, чувство удушья, насморк, кашель, разрушает зубы, относится к 2-му классу опасности. ПДКм.р. и с.с. для атмосферного воздуха населенных мест – 0,2 мг/м<sup>3</sup>.

Бромоводород – при обычных условиях бесцветный газ с резким запахом. Вызывает слабость, кашель, кровотечения из носа, головные боли, рвоту, относится к 3-му классу опасности. ПДКм.р. для атмосферного воздуха населенных мест – 1,0 мг/м<sup>3</sup>, ПДКс.с. – 0,1 мг/м<sup>3</sup>.

### 1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей  $\pm 17,3\%$ , при доверительной вероятности 0,95.

### 2. Метод измерений

Измерения концентрации хлора, брома, хлороводорода, бромоводорода выполняют методом жидкостной ионной хроматографии. Концентрирование веществ из воздуха осуществляют в щелочной раствор пероксида водорода, переведением хлора и брома в хлорид- и бромид-ионы. Для определения хлороводорода и бромоводорода отделяют хлор и бром, поглощая их четыреххлористым углеродом.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы для хлора и хлороводорода – 0,024 мкг; для брома и бромоводорода – 0,048 мкг.

Определению не мешают: фториды, карбонаты, сульфаты, фосфаты.

### **3. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы**

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

#### *3.1. Средства измерений*

Хроматограф жидкостный ионный с кондуктометрическим детектором

Барометр-анероид М-67	ТУ 2504-1797—75
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104-80
Линейка измерительная	ГОСТ 17435-72
Лупа измерительная	ГОСТ 8309-75
Меры массы	ГОСТ 7328-82Е
Посуда стеклянная лабораторная	ГОСТ 1770-74Е и 20292-74Е
Секундомер 2-го кл. точности	ГОСТ 5072-79
Термометр лабораторный шкальный, ТЛ-2; пределы 0—55 °C, цена деления 1 °C	ГОСТ 215-73Е
Шприцы медицинские, вместимостью 1 и 5 см <sup>3</sup>	ГОСТ 22967-82
Электроаспиратор ЭА-2С	ТУ 25.11.159281

#### *3.2. Вспомогательные устройства*

Хроматографические колонки из нержавеющей стали: разделительная длиной 100 мм, концентрационная – длиной 50 мм, предварительная колонка длиной 50 мм, дросселирующая колонка длиной 50 мм, подавительная колонка длиной 200 мм (2 шт.)

Мешалка магнитная

Приборы поглотительные со стеклянной приrostой пластинкой

Стаканы химические вместимостью 50 и 150 см<sup>3</sup>

Термос бытовой широкогорлый

ТУ 25.11-1136-75

ГОСТ 25336-82

ОСТ 21-4-77

Установка «Аквариг» для деионизации воды  
(производство Германия)

Часовое стекло

Шкаф сушильный СНОЛ 6.05.05.ОМО  
Электроплитка

ГОСТ 13474-79  
ГОСТ 14919-83Е

### 3.3. Материалы

Лед

Стекловата

Стеклянные заглушки

### 3.4. Реактивы

Анионит АРА-12Л – насадка для предварительной и дросселирующей колонок

ТУ 6-09-10-818-78

Анионит ХИКС-1 – насадка для разделительной и концентрационной колонок

ТУ 15/16 ЭССР-4-65

Вода деионизованная

Водорода пероксид, 30 %, ч. д. а.

ГОСТ 10929-76

Катионит КРС-6П – насадка для подавительных колонок

ТУ 6-09-10-228

или катионит КУ-2-8

ГОСТ 13505-68

Кислота хлороводородная, ч. д. а.

ГОСТ 3118-77

Натрия бромид, ч.

ГОСТ 4169-76

Натрия гидроксид, х. ч.

ГОСТ 4328-77

Натрия карбонат, ч. д. а.

ГОСТ 83-79

Натрия хлорид, ч. д. а.

ГОСТ 4234-77

Углерод четыреххлористый, х. ч.

ГОСТ 20288-74

## 4. Требования безопасности

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

4.2. При выполнении измерений с использованием жидкостного ионного 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 жидкостном ионном 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  $(20 \pm 10)$  °С, атмосферном давлении 630—800 мм рт. ст. и влажности воздуха не более 80 %;
- выполнение измерений на жидкостном ионном хроматографе проводят в условиях рекомендованных технической документацией к прибору.

## 7. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: приготовление растворов, подготовка хроматографических колонок, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

### 7.1. Приготовление растворов

*Исходный раствор для градуировки при определении хлора и хлороводорода (с ионов хлора = 2,4 мг/см<sup>3</sup>).* 0,3957 г натрия хлорида вносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят объем до метки деионизированной водой и тщательно перемешивают. Раствор устойчив в течение длительного времени.

*Рабочий раствор для градуировки при определении хлора и хлороводорода (с ионов хлора = 0,024 мг/см<sup>3</sup>).* 1,0 см<sup>3</sup> исходного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят объем до метки деионизированной водой и тщательно перемешивают. Раствор устойчив в течение длительного времени.

*Исходный раствор для градуировки при определении брома и бромоводорода (с ионов брома = 1,2 мг/см<sup>3</sup>).* 0,1544 г натрия бромида вносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят объем до метки деионизированной водой и тщательно перемешивают. Раствор устойчив в течение 2-х недель в темной склянке.

*Рабочий раствор для градуировки при определении брома и бромоводорода (с ионов брома = 0,012 мг/см<sup>3</sup>).* 1,0 см<sup>3</sup> исходного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят объем до метки деионизированной водой и тщательно перемешивают. Раствор устойчив 2 недели в темной склянке.

*Поглотительный раствор.* 8,0 г гидроксида натрия растворяют в 1,0 дм<sup>3</sup> деионизированной воды. Срок хранения раствора — 1 месяц в плотно закрытой полиэтиленовой посуде. Перед отбором проб раствор гидроксида натрия смешивают с пероксидом водорода в соотношении 3 : 1.

*Элюент, раствор натрия карбоната  $10^{-3}$  М.* 0,212 г карбоната натрия растворяют в 2-х литрах деионизованной воды. Избегать попадания пузырьков газа  $\text{CO}_2$  в насос хроматографа! Раствор устойчив в течение длительного времени.

### 7.2. Подготовка хроматографической колонки

Для заполнения хроматографических колонок взвешивают по 0,8 г анионитов ХИКС-1 и АРА-12 л, 3 г катионита КУ-2-8, помещают в химические стаканы вместимостью  $50 \text{ см}^3$ , приливают  $20 \text{ см}^3$  деионизированной воды и перемешивают на магнитной мешалке в течение 5–7 мин для образования суспензии.

Чистые металлические колонки (предварительная, разделительная, концентрационная, подавительные и дросселирующая) заполняются ионообменниками с помощью наполнителя, в который заливают суспензию. Заполнение производится 20–30 мин при максимальном расходе насоса. При заполнении колонки на слой адсорбента кладут небольшой слой стекловаты и наворачивают штуцер. Колонки устанавливают в термостат хроматографа, наладку и вывод хроматографа на рабочий режим проводят в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору.

### 7.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, устанавливающую зависимость высоты пика (см) от концентрации Cl-ионов и Br-ионов ( $\text{мкг}/\text{см}^3$ ), строят по 5-ти сериям растворов для градуировки. Каждую серию, состоящую из 6-ти градуировочных растворов, готовят в мерных колбах вместимостью  $100 \text{ см}^3$ . Для этого в каждую колбу вносят рабочий раствор для градуировки в соответствии с табл. 1 и 2, доводят деионизированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 1

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентрации хлороводорода и определении суммарной концентрации хлора и хлороводорода

Номер раствора для градуировки	1	2	3	4	5	6
Объем рабочего раствора ( $c = 24 \text{ мкг}/\text{см}^3$ ), $\text{см}^3$	0,1	0,5	0,8	1,0	2,0	3,0
Концентрация ионов хлора, $\text{мкг}/\text{см}^3$	0,024	0,120	0,192	0,240	0,480	0,720

Таблица 2

**Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентрации бромоводорода и определении суммарной концентрации брома и бромоводорода**

Номер раствора для градуировки	1	2	3	4	5	6
Объем рабочего раствора ( $c = 12 \text{ мкг}/\text{см}^3$ ), $\text{см}^3$	0,1	0,5	0,8	1,0	2,0	3,0
Концентрация ионов брома, $\text{мкг}/\text{см}^3$	0,012	0,060	0,096	0,120	0,240	0,360

В концентрационную колонку хроматографа с помощью шприца дозируют 1  $\text{см}^3$  каждого градуировочного раствора хлорида натрия (табл. 1) и 4  $\text{см}^3$  каждого градуировочного раствора бромида натрия (табл. 2).

Анализ проводят в следующих условиях:

расход элюента	2 $\text{см}/\text{мин}$
скорость движения диаграммной ленты	60 $\text{мм}/\text{ч}$
чувствительность по шкале	4
время выхода пика ионов хлора	4 мин 38 сек
время выхода пика ионов брома	15 мин 17 сек

На полученных хроматограммах измеряют высоты пиков хлора и брома и по средним результатам из 5-ти серий строят градуировочные характеристики. Градуировки проверяют 1 раз в квартал и при смене партии реактивов.

#### 7.4. Отбор проб

Отбор проб воздуха производят согласно ГОСТу 17.2.3.01-86. Для определения хлороводорода и бромоводорода (проба 1) воздух со скоростью 0,2  $\text{дм}^3/\text{мин}$  аспирируют в течение 20 мин через 2 последовательно соединенных поглотительных сосуда с пористой стеклянной пластинкой, в первом из которых содержится 5  $\text{см}^3$  четыреххлористого углерода (для улавливания хлора и брома), во втором – 10  $\text{см}^3$  щелочного раствора пероксида водорода (для улавливания хлороводорода и бромоводорода). Поглотительный сосуд с четыреххлористым углеродом необходимо поместить в смесь льда с хлоридом натрия. Одномоментно производят отбор пробы для определения суммы хлора и хлороводорода, брома и бромоводорода (проба 2), аспирируя воздух со скоростью 0,2  $\text{дм}^3/\text{мин}$  в течение 20 мин

через поглотительный сосуд со стеклянной пористой пластинкой, содержащий 10 см<sup>3</sup> щелочного раствора пероксида водорода. После окончания отбора проб воздуха поглотительные сосуды закрывают резиновыми заглушками и транспортируют к месту выполнения анализа. Отобранные пробы можно хранить в течение 6 ч. Содержимое 1-го поглотительного прибора пробы 1 (четыреххлористый углерод) сливают в специальную емкость для отработанных ядовитых органических жидкостей.

### 8. Выполнение измерений

Содержимое 2-го поглотительного прибора пробы 1 сливают в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>, поглотительный сосуд ополаскивают деионизованной водой, сливая ее в ту же мерную колбу, объем колбы доводят до метки деионизованной водой. В пробе содержится смесь хлоридов и бромидов, образованных при поглощении хлороводорода и бромоводорода. Пробу 2 сливают в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>, поглотительный сосуд ополаскивают деионизованной водой, сливая ее в ту же мерную колбу. Объем колбы доводят до метки деионизованной водой. В пробе содержится смесь хлоридов и бромидов, образованных при поглощении хлора, брома, хлороводорода и бромоводорода. Пробы 1 и 2 переливают в химические стаканы и кипятят 5–6 мин для разложения остатков пероксида водорода, т. к. попадание газа в хроматограф дестабилизирует его работу. После охлаждения, пробы 1 и 2 снова выливают в мерные колбы вместимостью 25 см<sup>3</sup>, доводят деионизованной водой до метки и анализируют в условиях, указанных в п. 7.3. На хроматограммах измеряют высоты пиков хлоридов и бромидов и по градуировочным характеристикам определяют их концентрацию в пробах.

### 9. Вычисление результатов измерений

Концентрацию хлороводорода в атмосферном воздухе (мг/м<sup>3</sup>) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a_1 \cdot V_1 \cdot 1,03}{V_0}, \text{ где}$$

V<sub>0</sub> – объем пробы воздуха, приведенный к нормальным условиям, дм<sup>3</sup>;

a<sub>1</sub> – концентрация Cl-ионов в пробе 1, найденная по градуировочной характеристике, мкг/см<sup>3</sup>;

$V_1$  – объем пробы, 25 см<sup>3</sup>;

$b_1$  – коэффициент пересчета Cl – в хлороводород;

Концентрацию бромоводорода в атмосферном воздухе (мг/м<sup>3</sup>) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{b_1 \cdot V_1 \cdot 1,01}{V_0}, \text{ где}$$

$V_0$  – объем пробы воздуха, приведенный к нормальным условиям, дм<sup>3</sup>;

$b_1$  – концентрация Br-ионов в пробе 1, найденная по градуировочной характеристике, мкг/см<sup>3</sup>;

$V_1$  – объем пробы, 25 см<sup>3</sup>;

1,01 – коэффициент пересчета Br – в бромоводород;

Концентрацию хлора в атмосферном воздухе (мг/м<sup>3</sup>) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a_2 \cdot V_2 - a_1 \cdot V_1}{V_0}, \text{ где}$$

$a_2$  – концентрация Cl-ионов в пробе 2, найденная по градуировочной характеристике, мкг/см<sup>3</sup>;

$V_2$  – объем пробы, 25 см<sup>3</sup>;

Концентрацию брома в атмосферном воздухе (мг/м<sup>3</sup>) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{b_2 \cdot V_2 - b_1 \cdot V_1}{V_0}, \text{ где}$$

$b_2$  – концентрация Br-ионов в пробе 2, найденная по градуировочной характеристике, мкг/см<sup>3</sup>;

$V_2$  – объем пробы, 25 см<sup>3</sup>;

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

$V_t$  – объем воздуха, отобранный для анализа, дм<sup>3</sup>;

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

$t$  – температура воздуха в месте отбора пробы, °С.

*Методические указания разработаны Свергужовой С. В. и Гарковой Н. Н. (Белгородский технологический институт строительных материалов, г. Белгород).*

**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**