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

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 4.1.618—96
Дата введения – с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методические указания по хромато-масс-спектрометрическому определению летучих органических веществ в атмосферном воздухе

Настоящие методические указания устанавливают методику хромато-масс-спектрометрического количественного химического анализа атмосферного воздуха для определения в нем содержания летучих органических веществ в диапазоне концентраций 0,001—0,2 мг/м^3 для стирола, ацетофенона и нафталина и 0,01—4,0 мг/м^3 для других веществ.

Физико-химические свойства веществ и их гигиенические нормативы представлены в табл. 1.

1. Погрешность измерений

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

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 веществ и гигиенические нормативы

Вещество	Формула	Мол. масса	Т. кип., °С	Плотн., г/см^3	Масс-спектры	ПДК, мг/м^3		Класс опасн.
						м.р.	с.с.	
Ацетон	C_3H_6O	58,08	56,2	0,791	43 58 42 27 39 29 26 44 100 33 7 6 4 4 4 4	0,35	0,35	4
Этилацетат	$C_4H_8O_2$	88,10	77,2	0,901	43 29 45 61 27 70 42 88 100 21 14 12 11 8 6 5	0,1	0,1	4
Метилметакрилат	$C_5H_8O_2$	100,12	100	0,936	41 69 39 43 100 56 29 71 100 80 38 36 34 17 15 15	0,1	0,01	3
Изобутанол	$C_4H_{10}O$	74,12	108	0,805	43 42 33 41 31 27 39 74 100 56 55 51 40 23 13 10	0,1	0,1	4
Бутанол	$C_4H_{10}O$	74,12	117,5	0,809	31 56 41 43 27 42 39 74 100 84 61 60 53 32 17 1	0,1	0,1	3
Бутилацетат	$C_6H_{12}O_2$	116,16	126,5	0,882	43 56 41 27 29 73 61 28 100 38 18 15 14 13 12 10	0,1	0,1	4
Циклогексанон	$C_6H_{10}O$	98,15	156,7	0,948	55 42 98 41 27 39 69 70 100 26 31 31 30 26 25 21	1,4	1,4	4
Ацетофенон	C_8H_8O	120,15	202,3	1,026	105 77 51 120 43 50 106 78 100 81 30 27 17 13 8 8	0,003	0,003	3
Пентаналь	$C_5H_{10}O$	86,14	103,4	0,809	44 58 29 41 57 43 27 39 100 50 41 30 30 28 20 11	0,03	—	4
Гексаналь	$C_6H_{12}O$	100,16	131	0,835	44 56 41 42 57 27 29 71 100 86 74 67 54 41 38 27	0,02	—	2
Гептаналь	$C_7H_{14}O$	114,19	155	0,823	44 43 70 41 55 29 57 27 100 78 71 61 51 44 43 40	0,01	—	3
Октаналь	$C_8H_{16}O$	128,22	163,4	0,821	43 29 41 44 57 55 56 84 100 91 90 72 63 51 51 46	0,02	—	2

Продолжение таблицы 1

Вещество	Формула	Мол. масса	Т. кип., °С	Плотн., г/см^3	Масс-спектры	ПДК, мг/м^3		Класс опасн.
						м.р.	с.с.	
Нонаналь	$C_9H_{18}O$	142,18	190	0,828	43 44 58 57 41 59 72 87 100 99 83 72 60 51 50 41	0,02	—	2
Деканаль	$C_{10}H_{20}O$	156,27	208	0,828	57 43 41 55 42 44 70 82 100 94 86 83 54 53 50 49	0,02	—	2
Бензальдегид	C_7H_6O	106	179	1,050	77 106 105 51 50 78 52 74 100 93 92 47 28 19 12 9	0,04	—	4
Гексан	C_6H_{14}	86,18	68,7	0,659	57 43 41 29 56 27 42 86 100 77 72 54 49 45 40 14	60	—	4
Гексен-1	C_6H_{12}	84,16	63,5	0,673	41 56 42 55 43 27 39 84 100 90 73 61 59 57 45 30	0,4	0,085	3
Гептен-1	C_7H_{14}	98,19	96,6	0,697	41 56 29 55 42 27 39 98 100 87 71 60 53 48 43 17	0,35	0,065	3
Циклогексан	C_6H_{12}	84,16	81,4	0,778	56 84 41 55 42 39 69 27 100 73 62 34 29 24 23 23	1,4	1,4	4
Бензол	C_6H_6	78,0	80,0	0,879	78 52 51 77 50 39 79 76 100 19 18 15 15 13 7 6	1,5	0,1	2
Толуол	C_7H_8	92,0	110,0	0,867	91 92 39 65 63 51 90 93 100 75 15 12 8 8 6 5	0,6	0,6	3
Ксилол (м+п)	C_8H_{10}	106,1	138,3	0,861	91 106 105 77 51 39 92 27 100 63 28 14 14 14 8 8	0,2	0,2	3
Ксилол (о)	C_8H_{10}	106,1	144,4	0,880	91 106 105 77 51 39 92 27 100 63 28 14 14 14 8 8	0,2	0,2	2
Этилбензол	C_8H_{10}	106,1	136,2	0,867	91 106 51 92 77 65 39 78 100 33 11 8 8 8 8 7	0,02	0,02	3

Продолжение таблицы 1

Вещество	Формула	Мол. масса	Т. кип., °С	Плотн., г/см^3	Масс-спектры	ПДК, мг/м^3		Класс опасн.
						м.р.	с.с.	
Стирол	C_8H_8	104,15	145,2	0,906	104 103 78 51 77 105 52 50 100 40 30 26 18 9 9 8	0,04	0,002	3
Метилстирол	C_9H_{10}	118	162	0,914	118 117 103 78 77 115 51 100 74 56 35 28 24 24	0,04	0,04	3
Изопропилбензол	C_9H_{12}	120,19	152,4	0,862	105 120 77 79 51 106 103 100 26 13 11 11 9 7	0,014	0,014	4
Пропилбензол	C_9H_{12}	120,19	159	0,862	91 120 92 65 39 78 51 105 100 23 11 9 7 6 5 4	–	–	–
1-метил-3-этилбензол	C_9H_{12}	120,19	161,3	0,869	105 120 106 91 77 39 79 51 100 31 9 9 9 8 6 6	–	–	–
1-метил-4-этилбензол	C_9H_{12}	120,19	161,99	0,861	105 120 106 91 77 39 79 51 100 31 9 9 9 8 6 6	–	–	–
1-метил-2-этилбензол	C_9H_{12}	120,19	165	0,881	105 120 106 91 77 39 79 51 100 31 9 9 9 8 6 6	–	–	–
1,3,5-триметилбензол	C_9H_{12}	120,19	164,7	0,865	105 120 119 77 39 106 91 100 58 15 11 10 9 9	–	–	–
1,2,4-триметилбензол	C_9H_{12}	120,19	169,3	0,876	105 120 119 77 39 106 91 100 58 15 11 10 9 9	–	–	–
1,2,3-триметилбензол	C_6H_{12}	120,19	176,1	0,894	105 120 119 77 39 109 91 100 58 15 11 10 9 9	–	–	–
Бутилбензол	$C_{10}H_{14}$	134,22	183,3	0,860	91 92 134 65 105 39 27 100 58 27 10 9 8 6	–	–	–
Нафталин	$C_{10}H_8$	128,17	218	0,963	128 129 127 51 64 126 102 100 10 10 10 8 6 6	0,003	0,003	4

Продолжение таблицы 1

Вещество	Формула	Мол. масса	Т. кип., °С	Плотн., г/см^3	Масс-спектры	ПДК, мг/м^3		Класс опасн.
						м.р.	с.с.	
α-Пинен	$C_{10}H_{16}$	136,24	157	0,862	93 92 91 77 39 79 121 100 29 24 21 19 18 13	–	–	–
Лимонен	$C_{10}H_{16}$	136,24	177	0,841	68 93 67 39 79 94 136 53 100 55 44 31 23 22 21 20	–	–	–
Сероуглерод	CS_2	76,14	46,2	1,261	76 32 44 78 77 46 100 20 17 8 1 0,3	0,03	0,005	2
Диметил-дисульфид	$C_2H_4S_2$	94,19	109,7	1,057	94 45 79 46 47 15 48 61 100 60 56 36 25 18 13 12	0,7	–	4
Хлороформ	$CHCl_3$	119,37	61,3	1,498	83 85 47 35 87 49 37 118 100 64 31 15 10 10 5 2	–	0,03	2
Четыреххло-ристый углерод	CCl_4	153,81	76,8	1,632	117 119 121 47 82 35 84 100 97 31 29 24 24 16	4	0,7	2
1,2-дихлорэтан	$C_2H_4Cl_2$	98,25	83,7	1,258	27 62 49 63 64 98 51 100 100 92 56 31 30 24 18 14	3	1	2
1,1,1-трихлорэтан	$C_2H_3Cl_4$	133,29	74,1	1,323	97 99 61 117 119 63 101 100 64 48 19 18 16 10	2	0,2	4
Тетрахлорэтилен	C_2Cl_4	112,6	132,0	1,107	166 164 129 131 168 94 47 100 78 65 62 47 30 26	0,5	0,06	2
Хлорбензол	C_6H_5	112,6	132,0	1,107	112 77 114 51 50 38 113 100 50 32 16 15 8 7	0,1	0,1	3

Примечание: *в колонке «Масс-спектры» в верхней строке – масса ионов, в нижней – их относительные погрешности.*

2. Метод измерений

Измерение концентрации летучих органических веществ основано на концентрировании их из воздуха на твердый полимерный сорбент, последующей термической десорбции, криогенном фокусировании в капилляре, газохроматографическом разделении на стеклянной капиллярной колонке с идентификацией по масс-спектрам.

Нижний предел измерения углеводородов в анализируемом объеме пробы – 0,006 мкг, кислородсодержащих соединений – 0,009 мкг, галогенсодержащих – 0,01 мкг, серосодержащих – 0,012 мкг.

Определению не мешает присутствие бутана, бутенов, пентана, циклопентана, метилгексанов, метилгептанов и др. летучих органических веществ.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

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

3.1. Средства измерений

Хромато-масс-спектрометр	ЛКБ-2091
Компьютерная система, обеспечивающая сбор и хранение всех масс-спектров в процессе проведения хроматографического анализа	
Газодиффузионный генератор ГПС-3	ГОСТ 12297-84
ГСО в ампулах №№ 092-Э22, 092-Э23, 092-Э24, 092-Э27, 092-Э28, 092-Э29, 092-Э31, 092-Э32	
Барометр-анероид М-67	ТУ 2504-1797-75
Линейка измерительная	ГОСТ 17435-72
Лупа измерительная	ГОСТ 8309-75
Секундомер СДС пр-1-2-000	ГОСТ 5072-79
Посуда стеклянная лабораторная	ГОСТ 1770-74Е, 20292-74Е
Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2; пределы 0—100 °С, цена деления 0,1 °С	ГОСТ 215-73Е
Электроаспиратор М-822, погрешность ±10 %	ТУ 64-1-862-77

3.2. Вспомогательные устройства

Стеклянная капиллярная хроматографическая колонка длиной 50 м, внутренним диаметром 0,36 мм, покрытая неподвижной фазой SE-30 с толщиной пленки 0,25 мкм.

Трубчатая электропечь длиной 160 мм и диаметром 13 мм

Сорбционные трубки из молибденового стекла длиной 200 мм и внутренними диаметрами: толстая – 8 мм и тонкая – 5,6 мм

Накидные гайки с прокладками из витона (диаметр отверстия 6,3 мм)

U-образный стеклянный капилляр длиной 140 мм и диаметром 0,7 мм

Толстостенный стеклянный капилляр длиной 200 мм, наружным диаметром 6,3 мм и внутренним диаметром 0,5 мм

Стеклянный сосуд Дьюара высотой 80 мм и внутренним диаметром 25 мм

Цилиндрический контейнер из дюралюминия с навинчивающейся крышкой длиной 250 мм и внутренним диаметром 35 мм

Эксикатор

3.3. Материалы

Азот жидкий

Гелий газообразный в баллоне ТУ 51-940-80

Заглушки из фторопласта для сорбционных трубок

Стекловата силанизированная

3.4. Реактивы

Тенакс GC, зернением 0,2—0,25 мм фирмы «Alltech Associates», США

Уголь активированный

Силикагель КСК, крупнозернистый

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 хромато-масс-спектрометра 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 хромато-масс-спектрометре и владеющих техникой эксплуатации генераторов газодиффузионного типа.

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 хромато-масс-спектрометре проводят в условиях, рекомендуемых технической документацией к прибору.

7. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: приготовление сорбционных трубок, подготовка хроматографической системы, приготовление градуировочных парогазовых смесей, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

7.1. Приготовление сорбционных трубок

Сорбционную трубку заполняют полимерным сорбентом тенакс, закрывают концы тампонами из стекловаты, помещают в нагретую до 300 °С трубчатую электропечь и выдерживают в токе гелия при скорости 15 $см^3$/мин в течение 24 часов. По окончании кондиционирования трубки с заглушенными концами помещают для хранения в промытый и тщательно просушенный эксикатор, на дно которого насыпан слой сухого силикагеля КСК, а по бокам расположены марлевые мешочки с активированным углем.

7.2. Подготовка хроматографической системы

На крышке термостата газового хроматографа устанавливают штатив с вертикально закрепленной на нем трубчатой

электропечью, внутри которой помещают толстостенный стеклянный капилляр, к которому подводят газ-носитель гелий. Выход капилляра, с помощью накидных гаек с прокладками из витона, соединяют с U-образным стеклянным капилляром, который, в свою очередь, подсоединяют непосредственно к стеклянной капиллярной хроматографической колонке. После того, как газовая линия хроматографической системы проверена на отсутствие утечек гелия, закрывают дверцу термостата хроматографа и проводят кондиционирование хроматографической колонки в токе гелия, поднимая температуру термостата со скоростью 6 град/мин до 250 °С. Колонку выдерживают при этой температуре в течение суток. После охлаждения термостата хроматографа до комнатной температуры выход колонки подсоединяют к молекулярному сепаратору масс-спектрометра и записывают нулевую линию. При отсутствии заметных флуктуаций система готова к работе.

7.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают на градуировочных паровоздушных смесях бензола (толуола), получаемых на газодиффузионном генераторе ПГС-3. Она выражает зависимость площади пика бензола (безразмерные компьютерные единицы) от массы соединения (мкг) и строится по 4 сериям концентраций в диапазоне 0,01—0,5 мкг в пробе. Каждая точка градуировочного графика является результатом не менее 4-х измерений одной и той же концентрации. Выходящий из генератора паровоздушный поток объемом 50 $см^3$ отбирают на тонкую трубку с тенаксом. Объемная скорость воздуха определяется производительностью ампулы с ГСО (мкг/мин), указанной в сертификате на ГСО, и создаваемой концентрацией. Для количественного определения других летучих органических соединений в воздухе рассчитывают их градуировочные поправочные коэффициенты по отношению к бензолу (толуолу), показывающие во сколько раз сигнал детектора полного ионного тока масс-спектрометра, отнесенный к единице массы бензола (толуола), отличается от сигнала детектора на единицу массы соединения (выбранные в качестве опорных веществ бензол или толуол всегда присутствуют в воздухе). При отсутствии стандартных образцов идентифицированных соединений градуировочные поправочные коэффициенты определяют с помощью их эталонов (не менее 98 %). Для этого в условиях хроматографического анализа в

прибор вводят микрошприцем, предварительно нагретым до 60—70 °С, одинаковые объемы насыщенных паров бензола (толуола) и эталонов анализируемых веществ. Массовое количество m (мкг), содержащееся в объеме V ($мм^3$) паровоздушной пробы вещества, определяют по формуле:

$$m = 1{,}29 \cdot \frac{M}{29} \cdot \frac{P}{760} \cdot \frac{273}{273 + t} \cdot V, \text{ где}$$

Р – давление насыщенного пара вещества при температуре отбора, мм рт. ст.;

М – молекулярная масса соединения;

V – объем воздушной пробы, $мм^3$;

Градуировку детектора полного ионного тока хромато-масс-спектрометра проводят при следующих условиях:

температура хроматографической колонки	в течение 5 минут комнатная, а затем программируемая до 240 °С со скоростью 6 °С/мин
температура термодесорбции	280—300 °С
расход газа-носителя	1,6 $см^3$/мин
шкала усилителя детектора полного ионного тока	2 В
ионизирующее напряжение в момент записи хроматографа	25 эВ
ионизирующее напряжение в момент записи масс-спектра	70 эВ
ток эмиссии	50 мкА
ускоряющее напряжение	3500 В
температура ионного источника	270 °С
температура сепаратора	200 °С
диапазон сканируемых масс	25—236 а. е. м. (ат. ед. массы)
скорость сканирования магнитного поля магнита	250 масс/сек

Находящийся внутри термостата и соединенный с хроматографической колонкой U-образный стеклянный капилляр погружают в сосуд Дьюара с жидким азотом. Затем, ослабив обжимные гайки, из холодной электропечи вынимают постоянно находящийся в ней толстостенный стеклянный капилляр и вместо него в направлении, обратном пробоотбору, герметично закрепляют сорбционную трубку. В пространство между наружной стенкой сорбционной трубки и внутренней стенкой элект-

ропечи помещают термопару от испарителя хроматографа для контроля за температурой термодесорбции. Через 2—3 минуты после вытеснения воздуха из сорбционной трубки включают электропечь, которая постепенно (за 8—10 мин) нагревается от комнатной температуры до 300 °С. Эту температуру выдерживают еще 1—2 минуты, затем нагрев отключают. В течение этого времени газ-носитель полностью освобождает трубку от сконцентрированного в ней вещества и переносит его в U-образный замороженный капилляр. По завершении термодесорбции и криогенного фокусирования жидкий азот убирают и U-образный капилляр на 10—15 секунд погружают в стаканчик с налитой в него кипящей водой, в результате чего вещество поступает в капиллярную хроматографическую колонку. После появления хроматографического пика нагрев термостата хроматографа отключают, охлаждают хроматографическую колонку до комнатной температуры и извлекают охлажденную сорбционную трубку из электропечи, вставляя вместо нее толстостенный стеклянный капилляр. Градуировку проверяют 1 раз в полгода, либо сразу после ремонта хромато-масс-спектрометра или генератора ГПС-3.

7.4 Отбор проб

Отбор проб воздуха проводят согласно ГОСТу 17.2.3.01-86. Отбор проб воздуха осуществляют на толстые сорбционные трубки. Для этого через трубку с помощью аспиратора прокачивают 6 $дм^3$ воздуха со скоростью 0,2 $дм^3$/мин. На трубке обозначают стрелкой направление пробоотбора, а также фиксируют температуру воздушной среды и атмосферное давление. Трубки заглушают пробками из фторопласта и помещают в металлический контейнер, предназначенный для транспортирования. Срок хранения пробы при +4 °С – не более 2 недель.

8. Выполнение измерений

Перед тем, как проводить анализ на хромато-масс-спектрометре, пробу с толстой сорбционной трубки переводят на тонкую трубку, для чего подсоединяют их друг к другу, помещают первую трубку в предварительно нагретую до 280—300 °С и расположенную вне прибора электропечь и в течение 10 минут пропускают через них гелий со скоростью 10 $см^3$/мин. После этого тонкую трубку отсоединяют от толстой и проводят с ней операции, описанные в п. 7.3. Из массива масс-спектров,

записанных компьютером в процессе магнитного сканирования, формируют хроматограмму полного ионного тока, по которой проводят идентификацию обнаруженных соединений. Идентификация состоит в сравнении записанных масс-спектров со стандартными (см. табл.) Для подтверждения масс-спектрометрической информации при идентификации ароматических соединений используют также индексы удерживания этих веществ на неполярной фазе.

9. Обработка результатов измерений

Количественную оценку каждого идентифицированного вещества проводят после компьютерного интегрирования хроматограммы полного ионного тока. На хроматограмме в первую очередь находят пик бензола (толуола) и определяют его концентрацию в атмосферном воздухе (мг/м^3) по формуле:

$$C = \frac{m}{V_0}, \text{ где}$$

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

V_0 – объем отобранного воздуха, приведенный к нормальным условиям, дм^3;

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

V_t – объем воздуха, отобранный для анализа, дм^3;

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

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

Концентрации остальных веществ рассчитывают умножением концентрации бензола на соответствующий градуировочный поправочный коэффициент.

Методические указания разработаны А. Г. Малышевой и Е. Г. Растянниковым (НИИ экологии человека и гигиены окружающей среды им. А. Н. Сысина РАМН, г. Москва).

Определение концентраций загрязняющих веществ в атмосферном воздухе

Сборник методических указаний
МУК 4.1.591—96—4.1.645—96, 4.1.662—97, 4.1.666—97

Редактор Карнаухова А. А.
Технический редактор Киселева Ю. А.

Подписано в печать 17.09.97

Формат 60x88/16. Печ. л. 28,5

Тираж 5000 экз. Заказ 6846

ЛР № 020877 от 20.05.94 г.

Министерство здравоохранения Российской Федерации
101431, Москва, Рахмановский пер., д. 3

Оригинал-макет подготовлен к печати
Информационно-издательским центром Минздрава России
125167, Москва, проезд Аэропорта, 11. Отдел реализации, тел. 198-61-01

Отпечатано с готового оригинал-макета в филиале Государственного ордена
Октябрьской Революции, ордена Трудового Красного Знамени
Московского предприятия «Первая Образцовая типография»
Комитета Российской Федерации по печати.
113114, Москва, Шлюзовая наб., 10