

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 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, 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 4.1.619—96

Дата введения – с момента утвер-
ждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методические указания по газохроматографическому определению меркаптанов (метил-, этил-, пропил-, бутыл-меркаптанов) в атмосферном воздухе

Настоящие методические указания устанавливают газохрома-
тографическую методику количественного химического анализа
атмосферного воздуха для определения в нем содержания меркап-
танов в диапазонах концентраций: метилмеркаптан – $5,0 \cdot 10^{-6}$ –
 $1 \cdot 10^{-4}$ мг/м³, этилмеркаптан – $1,5 \cdot 10^{-5}$ – $3 \cdot 10^{-4}$ мг/м³, н-
пропилмеркаптан $2,5 \cdot 10^{-5}$ – $1 \cdot 10^{-3}$ мг/м³, н-бутилмеркаптан
 $1,5 \cdot 10^{-4}$ – $3 \cdot 10^{-3}$ мг/м³.

CH ₃ SH	Мол. масса 48
C ₂ H ₅ SH	Мол. масса 62
C ₃ H ₇ SH	Мол. масса 76
C ₄ H ₉ SH	Мол. масса 90

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

Меркаптаны (тиолы, тиоспирты) – газообразные и легко летучие органические производные сероводорода. Мало растворимы в воде, лучше – в едких щелочах, этаноле и диэтиловом эфире. Физические свойства и гигиенические нормативы меркаптанов приведены в табл. 1.

Таблица 1
Свойства меркаптанов

Меркаптан	Агрегатное состояние	Ткип., °C	Тпл., °C	d_4^{20*}	ПДК или ОБУВ, мг/м ³
Метилмеркаптан	газ	5,95	-123,0	0,8665	$1 \cdot 10^{-4}$ (ПДК)мр
Этилмеркаптан	ж	35,0	-147,3	0,8391	$3 \cdot 10^{-5}$ (ОБУВ)
н-Пропилмеркаптан	ж	67,8	-111,5	0,8415	$5 \cdot 10^{-5}$ (ОБУВ)
н-Бутилмеркаптан	ж	98,5	-115,9	0,8416	$3 \cdot 10^{-4}$ (ОБУВ)

*Примечание: d_4^{20} – плотность, г/см³.

Меркаптаны (С1–С4) обладают сильным неприятным запахом. В малых концентрациях запах вызывает тошноту и головную боль, в более значительных концентрациях – действует на нервную систему, вызывая судороги и параличи. Метилмеркаптан относится ко 2-му классу опасности, для других меркаптанов класс опасности не установлен.

1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений при доверительной вероятности 0,95 с погрешностью, не превышающей: 24,5 % – для метилмеркаптанов, 24,2 % – для этилмеркаптана, 23,8 % – для н-пропилмеркаптана, 22,5 % – для н-бутилмеркаптана.

2. Метод измерений

Измерение концентрации меркаптанов выполняют методом газовой хроматографии с пламенно-фотометрическим или фотоионизационным детектором. Концентрирование из воздуха осуществляют на твердый сорбент с последующей термодесорбицией.

Нижний предел измерения: метилмеркаптана – 0,0002 мкг, этилмеркаптана – 0,0006 мкг, н-пропилмеркаптана – 0,0020 мкг, н-бутилмеркаптана – 0,0060 мкг.

Определению не мешают сероводород и углеводороды.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

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

3.1. Средства измерений

Хроматограф газовый с пламенно-фотометрическим или фотоионизационным детектором

ГОСТ 10696-75

Вакуумный водоструйный насос

ГОСТ 24104-80

Весы аналитические ВЛА-2

Генератор ГПС-3 или другая аппаратура
этого типа

ТУ 6-09-5375-88

Генератор водорода СГС-2

Динамическая установка «Микрогаз»
(модель 4 или 5)

ТУ 2.840.118-91

Лупа измерительная

ГОСТ 427-75

Линейка измерительная

ГОСТ 8304-75

Микрокомпрессор РК-1

ТУ 25-06-926-77

Посуда мерная стеклянная

ГОСТ 1770-74,
20292-74, 25336-82

Сушильный шкаф

ТУ 64-1-1411-768

Секундомер

ГОСТ 5072-79

Термодесорбционная приставка

ТУ 840.26-91

Термометр ТМ-1

ГОСТ 112-78Е

Чашка фарфоровая для выпаривания

ГОСТ 9147-73

диаметром 12 см

Электроаспиратор М-822

МРТУ 42-862-64

3.2. Вспомогательные устройства

Дистиллятор

ТУ 61-1-721-79

Хроматографическая колонка (3 м х 4 мм)

из стекла или тефлона

Колонка-концентратор из стекла (8 см х 5 см)

МУК 4.1.619—96

Трубка из стекла (20 см х 15 мм) для кондиционирования сорбента, используемого для концентрирования меркаптанов

Форколонка из стекла (4 см х 5 мм) для идентификации

Эксикатор с притертой крышкой

3.3. Материалы

Азот

ГОСТ 9293-74

Водород технический

ГОСТ 3022-80

Стекловолокно обезжиренное

ГОСТ 10176-74

3.4. Реактивы

Натрия гидроксид, ч.

ГОСТ 4328-77

Натрия углекислый кислый, х. ч.

ГОСТ 4201-79

Меркаптаны С1—С4, ч., в запаянных тефлоновых ампулах (источники микротоков меркаптанов в ампулах, изготовлены и аттестованы во ВНИИМ им. Д. И. Менделеева, г. Санкт-Петербург)

Ортофосфорная кислота, ч. д. а.

ГОСТ 6552-58

Полидифенилфталид (отечественный пористый полимерный сорбент) для концентрирования меркаптанов, зернение 0,5—0,6 мм

Полифениловый эфир, ч. д. а.

ТУ 6П-61-68

Хлороформ, х. ч.

ГОСТ 20015-79

Хроматон N-Супер (фирма «Лахема» Чехия),
(фракция 0,1—0,125 мм)

Полихром-1 (фракция 0,5—0,9)

ТУ 10П-176-68

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. Все работы по приготовлению стандартных смесей меркаптанов проводят под тягой. Газ (азот или гелий), содержащий примеси меркаптанов, после установки «Микрогаз» или «ГСП-3» пропускают через поглотительную склянку с 5 %-ным раствором гидроокиси натрия. Ампулы с меркаптанами хранят в эксикаторе с хорошо притертой крышкой, помещенном в холодильник.

4.3. При выполнении измерений с использованием газового хроматографа соблюдают правила электробезопасности в соот-

ветствии с ГОСТом 12.1.019-79 и инструкцией по эксплуатации приборов, используемых в настоящей методике.

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: подготовка хроматографической колонки, колонки-концентратора, форколонки, установление градуировочной характеристики, отбор проб воздуха.

7.1. Подготовка хроматографической колонки, концентрационной трубки и форколонки

Для приготовления хроматографической насадки (15 % полифенилового эфира 5Ф-4Э и 1 % Н₃РО₄ (масс.) на хроматоне N-Супер) рассчитанное количество эфира и ортофосфорной кислоты растворяют в хлороформе и полученным раствором в фарфоровой чашке обрабатывают твердый носитель обычным способом. Полученный сорбент высушивают в сушильном шкафу при 50 °С в течение 2 ч. Хроматографическую колонку заполняют сорбентом с помощью вакуумного водоструйного насоса и закрывают ее концы тампонами из стекловолокна. Готовую колонку помещают в термостат хроматографа и, не подключая ее к детектору, кондиционируют сорбент в токе газа-носителя (азот или гелий) при расходе около 50 см³/мин в течение 8 ч при температуре 140 °С. После этого колонку присоединяют к детектору.

Полидифенилфталид кондиционируют в стеклянной трубке (20 см х 15 мм) при температуре от 50 до 300 °С (ступенчато через 20 °С) в течение 8 ч в токе азота или гелия (расход 20 см³/мин). Затем 0,15 г сорбента помещают в стеклянную трубку-концентратор (8 см х 5 мм) и закрывают концы трубы тампонами из стекловолокна. Сорбционные трубы с сорбентом хранят до анализа в закрытом виде (тэфлоновые заглушки) в эксикаторе.

Форколонку (4 см х 5 мм) из стекла для идентификации заполняют смесью (1 : 1) бикарбоната натрия с полихромом-1 (фракция 0,5–0,9 мм). Форколонку перед пробоотбором кондиционируют в течение 3–5 мин анализируемым воздухом (содержащим меркаптаны).

7.2. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают на стандартных парогазовых смесях меркаптанов – азот (или гелий), полученных с помощью динамической установки «Микрогаз» или «ГСП-3». Концентрации меркаптанов в потоке составляют от 5 · 10⁻⁶ до 3 · 10⁻³ мг/м³ в зависимости от анализируемого меркаптана. Сорбцию меркаптанов в сорбционных трубках с полидифенилфталидом проводят в тех же условиях, что и пробоотбор. При данных концентрациях меркаптанов и скорости аспирирования воздуха 1,5 дм³/мин в течение 30 мин проскака меркаптанов нет.

Варьируя время аспирирования, накапливают последовательно (с учетом производительности ампул) следующие количества меркаптанов в пяти сорбционных трубках с сорбентом:

- метилмеркаптан – 0,0002; 0,0005; 0,001; 0,002; 0,004;
- этилмеркаптан: 0,0006; 0,001; 0,003; 0,006; 0,012;
- пропилмеркаптан: 0,002; 0,005; 0,010; 0,020; 0,040;
- бутилмеркаптан: 0,006; 0,010; 0,025; 0,050; 0,120 (мг).

После отбора стандартной смеси сорбционную трубку с сорбентом помещают в предварительно нагретое до 140 °С термодесорбционное устройство, выдерживают в течение 2 мин при выключенном газе-носителе, а затем, переключением крана током газа-носителя вытесняют сконцентрированные примеси меркаптанов в хроматографическую колонку в течение анализа (30 мин).

Примечание.

Поскольку меркаптаны и другие сернистые соединения в концентрациях ниже 1 мг/м³ разлагаются на металлических поверхностях коммуникаций хроматографа, весь «путь» пробы от испарителя до детектора (от термодесорбера до детектора) должен проходить по коммуникациям, выполненным из стекла или тефлона.

Сорбционная трубка из стекла может быть любой формы и размера (в зависимости от используемого термодесорбционного устройства). Термодесорбёром может быть собственно испаритель хроматографа, что является наиболее предпочтительным, так как в этом случае десорбированная проба попадает непосредственно в начало хроматографической колонки и ее потери минимальны.

Эффективность термодесорбции меркаптанов составляет 95—98 %.

Хроматограф включают в соответствии с инструкцией и выводят на следующий режим при работе с фотоионизационным детектором:

температура термостата колонки	50 °C
температура испарителя	140 °C
температура детектора	150 °C
расход газа-носителя (азота или гелия)	30 см ³ /мин
чувствительность шкалы электрометра	2·10 ⁻¹¹ А
скорость диаграммной ленты	200 мм/ч

При работе с пламенно-фотометрическим детектором соотношения газовых потоков (расход газа-носителя, водорода и воздуха) указаны в паспорте хроматографа. Шкала чувствительности электрометра 4·10⁻¹² А. Остальные условия те же, что и при работе с фотоионизационным детектором.

Время удерживания меркаптанов:

метилмеркаптан	2 мин 25 сек
этилмеркаптан	5 мин 20 сек
н-Пропилмеркаптан	12 мин
н-Бутилмеркаптан	28 мин 30 сек
время удерживания сероводорода	1мин 25 сек.

Градуировочная характеристика выражает зависимость площади пика на хроматограмме (мм²) от массы меркаптана (мкг).

Примечание.

Сигнал пламенно-фотометрического детектора при детектировании сернистых веществ пропорционален корню квад-

ратному из значения массы серы, поскольку в пламени она образует молекулы димера S_2 . Для преобразования этой зависимости в линейную электрометрический усилитель детектора (например, в современных моделях зарубежных хроматографов) снабжается соответствующим электронным блоком.

В отсутствие такого дополнительного блока (например, в отечественных хроматографах) построение градуировочного графика для пламенно-фотометрического детектора осуществляют в логарифмическом масштабе, в координатах: $\lg S - \lg m$, где S – площадь пика на хроматограмме, мм^2 ; m – количество меркантана в пикограммах (для удобства логарифмирования).

В описанных выше условиях градуировочные характеристики для обоих детекторов линейны в диапазоне содержаний меркантанов от 0,0002 до 0,12 мкг.

7.3. Отбор проб

Отбор проб воздуха проводят согласно ГОСТу 17.2.3.01-86. Для определения максимально-разовой концентрации меркантанов атмосферный воздух со скоростью 1,5 $\text{дм}^3/\text{мин}$ аспирируют через стеклянную сорбционную трубку с полидифенилфталидом в течение 30 мин. После отбора трубы закрывают тефлоновыми заглушками. Для измерения 0,5 ПДК метилмеркантана достаточно отобрать 45 дм^3 воздуха. Срок хранения экспонированных трубок – 3 дня (в холодильнике). Срок хранения сорбционных трубок с сорбентом до отбора проб – 10 дней.

8. Выполнение измерений

После отбора проб воздуха трубы с сорбентом помещают в термодесорбционное устройство. Десорбцию и анализ проводят в условиях установления градуировочной характеристики.

Идентификацию пиков меркантанов на хроматограмме проводят по времени удерживания чистых веществ.

При использовании универсального фотоионизационного детектора проводят дополнительную групповую идентификацию сернистых соединений методом реакционно-сорбционного концентрирования примесей. Для этого параллельно отбирают вторую пробу воздуха, но перед сорбционной трубкой устанавливают короткую форколонку (4 см x 5 мм) из стекла. После отбора содержимое второй трубы анализируют, как описано выше. Сравнение первой и второй хроматограмм позволяет определить принадлежность пиков к углеводородам

или сернистым соединениям, поскольку форколонка задерживает сернистые соединения, и в концентратор проходят лишь углеводороды.

На полученной хроматограмме определяют площади пиков меркаптанов и по градуировочной характеристике определяют их массу.

9. Вычисление результатов измерений

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

$$C = \frac{m}{V_0}, \text{ где}$$

m – масса меркаптана, найденная по градуировочной характеристике, мкг;

V_0 – объем пробы воздуха, пропущенного через сорбционную трубку с сорбентом, приведенный к стандартным 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.;

V_t – объем пробы воздуха, дм^3 ;

t – температура воздуха в месте отбора проб, $^{\circ}\text{С}$.

Методические указания разработаны А.Г.Малышевой, (НИИ экологии человека и гигиены окружающей среды им. А. Н. Сысина РАМН, г. Москва), Ю. С. Друговым, А. А. Беззубовым (Аналитический центр геологического института РАН, 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
Заказ 6846**

Тираж 5000 экз.

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**