

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**

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

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, 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 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

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

Методические указания по определению гидрохинона в атмосферном воздухе методом тонкослойной хроматографии. МУК 4.1.608—96	143
Методические указания по газохроматографическому определению дивинилбензола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.609—96	149
Методические указания по газохроматографическому определению диметилизофталата в атмосферном воздухе. МУК 4.1.610—96	155
Методические указания по газохроматографическому определению диметилфталата в атмосферном воздухе. МУК 4.1.611—96	161
Методические указания по газохроматографическому определению диэтилбензола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.612—96	168
Методические указания по газохроматографическому определению диэтиленгликоля в атмосферном воздухе. МУК 4.1.613—96	174
Методические указания по определению диэтилфталата в атмосферном воздухе методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.614—96	181
Методические указания по пламенно-фотометрическому определению калия хлорида в атмосферном воздухе. МУК 4.1.615—96	187
Методические указания по газохроматографическому определению одноосновных карбоновых кислот в атмосферном воздухе. МУК 4.1.616—96	192
Методические указания по газохроматографическому определению ксиленолов, крезолов и фенола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.617—96	201
Методические указания по хромато-масс-спектрометрическому определению летучих органических веществ в атмосферном воздухе. МУК 4.1.618—96	217
Методические указания по газохроматографическому определению меркаптанов (метил-, этил-, пропил-, бутил-меркаптанов) в атмосферном воздухе. МУК 4.1.619—96	229
Методические указания по газохроматографическому определению метилакрилата в атмосферном воздухе. МУК 4.1.620—96	238
Методические указания по газохроматографическому определению 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 (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, 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.

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

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 превышающей 25 %, с отбором пробы воздуха в течение 20–30 мин при определении максимальной разовой концентрации или круглогодичном 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 4.1.643—96

Дата введения – с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

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

Настоящие методические указания устанавливают ионохроматографическую методику количественного химического анализа атмосферного воздуха для определения в нем содержания хлора, брома, хлороводорода и бромоводорода в диапазонах концентраций соответственно: 0,024–0,45 мг/м³; 0,032–0,6 мг/м³; 0,16–3,0 мг/м³; 0,08–1,5 мг/м³.

Физико-химические свойства определяемых веществ:

Вещество	Cl ₂	Br ₂	HCl	HBr
Мол. масса	71,0	159,83	36,5	80,91
Агрегатное состояние	газ	жидкость	газ	газ
Плотность, г/дм ³	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 распространены без разрешения Департамента госсанэпиднадзора Минздрава России.

Вещество	Cl ₂	Br ₂	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 ³	-	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/м³, ПДКс.с – 0,03 мг/м³.

Бром – тяжелая жидкость красно-бурого цвета, яд. Вызывает ожоги кожи, слезоточение, кашель, головную боль. Раздражает дыхательные пути, относится к 2-му классу опасности. ПДКс.с. для атмосферного воздуха населенных мест – 0,04 мг/м³.

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/м³.

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/м³, ПДКс.с. – 0,1 мг/м³.

1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей ±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 ³	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 пористой пластинкой	ТУ 25.11-1136-75
--	------------------

Стаканы химические вместимостью 50 и 150 см³

Термос бытовой широкогорлый	ГОСТ 25336-82
-----------------------------	---------------

ОСТ 21-4-77

МУК 4.1.543—96

Установка «Аквариг» для деионизации воды
(производство Германия)

Часовое стекло

Шкаф сушильный СНОЛ 6.05.05.ОМО

ГОСТ 13474-79

Электроплитка

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

ГОСТ 10929-76

Водорода пероксид, 30 %, ч. д. а.

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 ± 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/см³). 0,3957 г натрия хлорида вносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем до метки дейонизированной 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/см³). 1,0 см³ исходного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем до метки дейонизированной 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/см³). 0,1544 г натрия бромида вносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем до метки дейонизированной 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/см³). 1,0 см³ исходного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем до метки дейонизированной водой и тщательно перемешивают. Раствор устойчив 2 недели в темной склянке.

Поглотительный раствор. 8,0 г гидроксида натрия растворяют в 1,0 дм³ дейонизированной 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 дейонизованной воды. Избегать попадания пузырьков газа 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 см^3 , приливают 20 см^3 дейонизированной 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 терmostат 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 см^3 . Для этого в каждую колбу вносят рабочий раствор для градуировки в соответствии с табл. 1 и 2, доводят дейонизированной 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 ($c = 24 \text{ мкг}/\text{см}^3$), 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 ($c = 12 \text{ мкг}/\text{см}^3$), 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 см^3 каждого градуировочного раствора хлорида натрия (табл. 1) и 4 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 см^3 четыреххлористого углерода (для улавливания хлора и брома), во втором – 10 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 см³ 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 см³, поглотительный сосуд ополаскивают деионизованной водой, сливая ее в ту же мерную колбу, объем колбы доводят до метки деионизированной водой. В пробе содержится смесь хлоридов и бромидов, образованных при поглощении хлороводорода и бромоводорода. Пробу 2 сливают в мерную колбу вместимостью 25 см³, поглотительный сосуд ополаскивают деионизованной водой, сливая ее в ту же мерную колбу. Объем колбы доводят до метки деионизированной 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 см³, доводят деионизированной 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/м³) вычисляют по формуле:

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

V_0 — объем пробы воздуха, приведенный к нормальным условиям, дм³;

a_1 — концентрация Cl-ионов в пробе 1, найденная по градуировочной характеристике, мкг/см³;

V_1 – объем пробы, 25 см³;

1,03 – коэффициент пересчета Cl – в хлороводород;

Концентрацию бромоводорода в атмосферном воздухе (мг/м³) 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, дм³;

b_1 – концентрация Br-ионов в пробе 1, найденная по градуировочной характеристике, мкг/см³;

V_1 – объем пробы, 25 см³;

1,01 – коэффициент пересчета Br – в бромоводород;

Концентрацию хлора в атмосферном воздухе (мг/м³) 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/см³;

V_2 – объем пробы, 25 см³;

Концентрацию брома в атмосферном воздухе (мг/м³) 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/см³;

V_2 – объем пробы, 25 см³;

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

V_t – объем воздуха, отобранный для анализа, дм³;

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

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

Методические указания разработаны Свергузовой 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
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**