Государственная система санитарно-эпидемиологического нормирования Российской Федерации

4.I. Методы контроля. Химические факторы

ИЗМЕРЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИЙ (МЕТ)АКРИЛОВЫХ СОЕДИНЕНИЙ В ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Методические указания

МУК 4.I.025-95

Издание официальное

Госкомсанэпиднадзор России

Москва

I995

ВХОДЯЩИЙ №
11.07 1995г.

КОНТРОЛЬНЫЙ ЭКЗЕМПЛЯР ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора

ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора Информационный ресурс

ПРЕДИСЛОВИЕ

I. Разработаны Нижегородским НИИ гигиены и профпатологии Госкомсанэпиднадзора России (д.м.н. Тихомиров Ю.П., к.б.н. Комракова Е.А.).

2. Утверждены и введены в действие Председателем Госкомсанэпиднадзора России – Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации 28 марта I995 года.

3. Введены впервые в качестве методических указаний.

СОДЕРЖАНИЕ

I. Область применения. Общие вопросы.....5
I.I. Физико-химические свойства и токсикологическая характеристика (мет)акриловых соединений.....6
I.2. Требования безопасности.....8
I.3. Требования к квалификации оператора.....8
I.4. Очистка химической посуды.....9
I.5. Условия отбора проб.....9
I.6. Нормы погрешностей измерений. Контроль погрешности измерений I2
I.7. Методы и средства измерений и подготовки проб I2
I.8. Условия выполнения измерений 20

2. Контроль (мет)акриловых соединений соединений в атмосферном воздухе населенных мест 2I
2.I. Определение акриловой и метакриловой кислот (отбор на твердый сорбент) 2I
2.2. Определение акриловой и метакриловой кислот (отбор в растворитель) 26
2.3. Определение метакрилата и метилметакрилата 29
2.4. Определение бутилакрилата и бутилметакрилата 34
2.5. Определение 2-этиленгексилакрилата 38

3. Контроль (мет)акриловых соединений в воде водоемов хозяйственно-питьевого водопользования 42
3.I. Определение акриловой и метакриловой кислот 42
3.2. Определение метакрилата и метилметакрилата 48
3.3. Определение бутилакрилата и бутилметакрилата 54
3.4 Определение 2-этилгексилакрилата 58

4. Контроль (мет)акриловых соединений в почве 62
4.I. Определение акриловой и метакриловой кислот 62
4.2 Определение метилакрилата и метилметакрилата 68

ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора Информационный ресурс

4.3. Определение бутилакрилата и бутилметакрилата 74

Список литературы 78

УТВЕРЖДАЮ

Председатель Госкомсанэпиднадзора России - Главный государственный санитарный врач Российской Федерации

Е.Н.Беляев

"28" марта 1995г.

МУК 4.I.025-95

Дата введения: с момента утверждени

4.I. Методы контроля.Химические факторы

ИЗМЕРЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИЙ (МЕТ)АКРИЛОВЫХ СОЕДИНЕНИЙ В ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Методические указания

I. Область применения. Общие вопросы

Методические указания по измерению концентраций (мет)акриловых соединений в объектах окружающей среды предназначены для центров госсанэпиднадзора, санитарных лабораторий промышленных предприятий лабораторий научно-исследовательских институтов.

Методические указания разработаны и утверждены с целью обеспечения контроля соответствия фактических концентраций (мет)акриловых соединений в атмосферном воздухе, воде водоемов и почве к установленным уровням предельно допустимых концентраций, оценки эффективности внедренных санитарно-гигиенических мероприятий и влияния (мет)акриловых соединений на состояние здоровья населения.

Методы контроля подготовлены в соответствии с требованиями ГОСТ 8.207-76 "Государственная система обеспечения единства измерений. Прямые измерения с многократными наблюдениями. Методы обработки результатов наблюдений. Основные положения" и ГОСТ 8.010-90 "Государственная система обеспечения единства измерений. Требования к построению, содержанию и изложению документации, регламентирующей методики выполнения измерений содержания компонентов проб веществ материалов".

Издание официальное

©Госкомсанэпиднадзор России

Настоящие методические указания не могут быть полностью или частично воспроизведены, тиражированы и распространены без разрешения Госкомсанэпиднадзора России

ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора Информационный центр

Включенные в настоящий документ методы контроля одобрены Проблемной комиссией "Научные основы экологии человека и гигиены окружающей среды" РАМН и Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию при Госкомсанэпиднадзоре России. Часть методик по анализу атмосферного воздуха населенных мест была ранее утверждена бывшим Минздравом СССР, а по анализу воды водоемов была рекомендована к практическому применению Центром специализированной инспекции Минприроды России.

I.I. ФИЗИКО – ХИМИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА И ТОКСИКОЛОГИЧЕСКАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА (МЕТ) АКРИЛОВЫХ СОЕДИНЕНИЙ

Акриловая (АК) и метакриловая (МАК) кислоты, а также их эфиры метакрилат (МА), бутилакрилат (БА), 2-этилгексилакрилат (2-ЭГА), метилметакрилат (ММА) и бутилметакрилат (БМА) – бесцветные жидкости с резким раздражающим запахом, хорошо растворимые в органических растворителях, легко полимеризуются, в воздухе находятся в виде паров.

Краткие сведения о физико-химических и токсических свойствах (мет)акриловых соединений приведены в таблице I.I.

Таблица I.I

Физико-химические и токсические свойства (мет)-акриловых соединений

Вещество	Структурная формула	Молекулярная масса	Плотность мг/см	Температура кипения °С	Растворимость паров в воде %вес 20°С	Упругость паров мм. рт. ст. 20°С	Токсические свойства
АК	$CH_2=CH-COOH$	72,05	I,047	I4I,3	60	3,0	сильное раздражающе общетоксическое действие
МА	$CH_2=CH-COO-CH_3$	86,09	0,957	79,9	5,48	68,2	
БА	$CH_2=CH-COO-C_4H_9$	I28,I7	0,90I	I47,4	0,32	4,5	

Продолжение таблицы I.I.

		3	4	5	6	7	8
2-ЭГА	$CH_2=CH-COO-CH_2-CH(C_4H_9)C_2H_5$	I84,I6	0,88I	2I8	0,0I	3,3	
МАК	$CH_2=C(CH_3)COOH$	83,05	I,0I5	I6I,0	60	260	Наркотическое действие
ММА	$CH_2=C(CH_3)COO-CH_3$	I00,I2	0,940	I00,0	I,59	29,0	
БМА	$CH_2=C(CH_3)COO-C_4H_9$	I42,20	0,894	I63,0	0,50	I,4	

Акриловые и метакриловые соединения относятся к числу химических веществ, которые по требованию Агентства по охране окружающей среды (США) должны подвергаться контролю на токсичность и за содержанием их в атмосферном воздухе и питьевой воде [20]. (Мет)акриловые соединения при ингаляционном и пероральном путях поступления в организм проявляют политропный характер действия – рефлекторное общетоксическое и эмбриотоксическое [12]. Общетоксическое действие характеризуется влиянием на нервную систему, обменные процессы, на функцию печени и периферический состав крови. По развитию хронической интоксикации акриловая и метакриловая кислоты, этилакрилат, метилакрилат, 2-этилгексилакрилат, бутилметакрилат отнесены ко II – III классам опасности, а бутилакрилат и метилметакрилат к I классу опасности. С учетом лимитирующего признака вредности разработаны и утверждены ПДК в атмосферном воздухе и в воде водоёмов для АК и МАК, ЭА, БА, МА, БМА, ММА (см. таблицу I.2).

Таблица I.2.

ПДК (мет)акриловых соединений

Вещество	Величина ПДК в атмосферном воздухе, мг/м³		Величина ПДК для воды водоёма хозяйственно-питьевого водопользования мг/дм³
	максим. разовая	средне-суточная	
АК	0,I	0,04	0,5
МА	0,0I	0,0I	0,02
БА	0,0075	–	0,0I
2-ЭГА	0,0I	–	0,02
МАК	0,03	0,0I	I,0

ФБУЗ ЦГиЭ Роспотребнадзора
Информационный ресурс

Продолжение таблицы I.2

I	2	3	4
ММА	0,I0	0,0I	0,0I
БМА	0,04	0,0I	0,02

I.2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.

К проведению работ по отбору и анализу проб воздуха, воды и почвы допускаются лица, изучившие правила по технике безопасности, предусмотренные инструкцией "Основные правила безопасной работы в химической лаборатории", утверждённые Минхимпромом СССР от 27.07.77 г., проведением дополнительного инструктажа, учитывающего специфику проводимых работ. Все работы с (мет)акриловыми соединениями должны выполняться в вытяжном шкафу. Посуда должна обрабатываться в вытяжном шкафу хромовой смесью. Оператор должен быть ознакомлен с мерами предосторожности при работе с металлической ртутью. Заполнять капиллярный поршневой дозатор ртутью при его калибровке следует только на металлическом противне внутри вытяжного шкафа. По окончании заполнения дозатора пролитые капельки ртути тщательно собирают при помощи стеклянной ловушки с резиновой грушей, затем проводят демеркуризацию загрязненной поверхности 3%-м раствором марганцевокислого калия, подкисленного соляной кислотой или 20%-м раствором хлорного трёхвалентного железа.

Оператор должен быть подробно ознакомлен со специфическими свойствами акриловых соединений и металлической ртути и действием их на организм.

Для проведения измерений на газовом хроматографе оператор должен быть ознакомлен с правилами работы с электрическими установками, имеющими высокое напряжение, сосудами, находящимися под давлением.

I.3. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА.

К работе по выполнению измерений и обработке результатов допускают лиц со специальным химическим образованием, имеющих опыт работы на газовом хроматографе.

I.4. ОЧИСТКА ХИМИЧЕСКОЙ ПОСУДЫ.

Стеклянная посуда должна быть тщательно вымыта хромовой смесью, которую лучше предварительно слегка подогреть. Посуду выдерживают залитой хромовой смесью в течение I-3-х часов, затем тщательно отмывают от следов соединений хрома и серной кислоты в проточной воде. Хорошо вымытую посуду обязательно 2 - 3 раза тщательно ополаскивают дистиллированной водой. Окончательную очистку посуды завершают пропариванием. Обработку паром продолжают до тех пор, пока стенки очищаемой посуды не будут равномерно смачиваться водой. Если этого не наблюдается, то посуду следует вымыть заново. Вымытую химическую посуду сушат в сушильном шкафу при температуре 80-I00°С. Мерную посуду сушить при нагревании нельзя.

I.5. УСЛОВИЯ ОТБОРА ПРОБ.

I.5.I. Отбор проб воздуха.

Отбор проб воздуха осуществляется в соответствии с требованиями ГОСТ I7.2.0I-86 и ГОСТ I7.2.6.0I-86 [7,8]. (Мет)акриловые соединения из воздуха улавливают в основном на твёрдые сорбенты, помещённые в специальные сорбционные трубки. Предложен также способ улавливания (мет)акриловых кислот в дистиллированную воду. Параметры отбора проб, такие как расход воздуха и продолжительность аспирации, установлены в зависимости от объёмов удерживания определяемых веществ улавливающей системой и необходимых пределов их измерения.

Для отбора проб используются электроаспираторы модели 822 или типа ЭА-IА. До начала отбора необходимо убедиться в соблюдении ряда требований.

На точность определения объёма воздуха, прошедшего через сорбент, влияет нарушение герметичности воздуховодов. Проверка состояния аспирирующей системы проводится не реже одного раза в месяц. Наиболее вероятно затекание воздуха через подводящие резиновые шланги за счет старения резины и появления трещин, соединения резиновых шлангов со штуцерами.

При отборе проб воздуха напряжение электропитания электроаспиратора должно составлять 220В ± I0%. Отбор проб произво-

ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора
Информационный Центр

дится при температуре наружного воздуха в диапазоне - 35 + 45°С.

Воздушные коммуникации один раз в месяц очищают от пыли и промывают теплой мыльной водой, чистой водой, затем спиртом. Воздуховод тщательно просушивают. Промытую систему перед отбором продувают воздухом в течение не менее 20 мин.

Проверка градуировки ротаметров электроаспираторов проводится не реже одного раза в месяц.

Все воздуховоды до сорбционной трубки должны быть приготовлены из фторопласта или стекла. Соединение сорбционных трубок производится в стык с помощью коротких резиновых трубок. Общая длина резиновых соединений, с которыми непосредственно соприкасается анализируемый воздух, не должна превышать 10 мм. Сорбционные трубки устанавливают при отборе конусным концом к потоку воздуха, чтобы он проходил через сорбент в направлении, противоположном потоку газа-носителя при анализе пробы.

Сразу после отбора проб сорбционные трубки закрывают заглушками и помещают в эксикатор. После транспортировки проб в лабораторию и до проведения анализа эксикатор с пробами содержат в холодильнике. Допускается хранение отобранных проб в холодильнике не более недели.

I.5.2. Отбор проб воды.

Отбор проб воды, приборы и устройства для отбора проб воды должны соответствовать требованиям ГОСТ I7.I.5.04-8I и ГОСТ 27.-6-I - 84 [3,4]. В практике работы санитарной службы в настоящее время используют в основном ручные пробоотборники и барометры различных конструкций.

При отборе проб воды используют посуду из бесцветного химически стойкого стекла. Посуда должна быть тщательно вымыта. Для этой цели применяют хромовую смесь, которую затем тщательно смывают проточной и дистиллированной водой, затем посуду обрабатывают водяным паром. Перед отбором пробы посуду несколько раз тщательно ополаскивают исследуемой водой. Используют тщательно вымытые стеклянные пробки.

Пробы транспортируют в таре и упаковке, гарантирующих сохранность и предохраняющих воду от замерзания или перегревания.

I.5.3. Отбор проб почвы. Подготовка проб к анализу.

Отбор проб почвы и подготовка их к анализу осуществляется в соответствии с ГОСТ I7.4.4.02.84 [6].

Для отбора проб на исследуемой территории намечают 2 участка площадью 20 м^2 каждый: один вблизи источника загрязнения (опытный), другой вдали от него - (контрольный).

Контрольный участок должен быть заведомо незагрязненным (мет)акриловыми соединениями. На выделенном участке намечают 5 точек для забора проб. Точки отбора располагаются на выделенном участке по "конверту" (одна в центре и четыре по углам). Каждая точка представляет собой центр выбранного для исследования одного квадратного метра территории. В каждой точке выкапывают приямок (шурф) сечением 0,3 х 0,3 м и глубиной 0,2 м. Поверхность одной из стенок шурфа очищают ножом. Затем на этой стенке вырезают почвенный образец размером приблизительно 20 х 5 х 2, чтобы величина навески составляла около 200 г. Общая масса (средней) пробы должна составлять не менее I кг.

Пробы почвы помещают в стеклянные банки с крышкой и транспортируют в лабораторию.

Из поступивших образцов почвы готовят сначала лабораторные пробы. Образец почвы тщательно перемешивают на листе фанеры или картона. Выбирают из него инородные включения - камень, дерево, бумагу, стекло. Затем просеивают через сито с отверстиями 3 мм. Просеянную почву рассыпают ровным слоем толщиной 2 мм в форме квадрата или прямоугольника. Почву делят по диагонали линейкой или металлической крестовиной на 4 прямоугольника. Почву из двух противоположных угольников отбрасывают или оставляют в запасе, а оставшуюся, вновь перемешивают, опять распределяют тонким слоем и снова делят, в результате чего остаётся около 400 г. почвы.

Для приготовления аналитической пробы почвы лабораторную пробу измельчают в ступке, просеивают через сито с отверстиями I мм, и ссыпают в банки с плотно закрывающимися крышками.

ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора
Информационный ресурс

I.6. НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ. КОНТРОЛЬ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ.

Описанные в сборнике методики измерения концентраций (мет) акриловых соединений метрологически аттестованы в соответствии с ГОСТ 8.207-76 [2].

Суммарная погрешность измерения массовой концентрации определяемого вещества в анализируемой среде не превышает ± 25% во всем диапазоне измеряемых концентраций.

В каждой методике указано наибольшее значение суммарной погрешности.

Контроль точности измерений производится в соответствии с РД.52.24.66-86 [14].

I.7. МЕТОДЫ И СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ И ПОДГОТОВКИ ПРОБ.

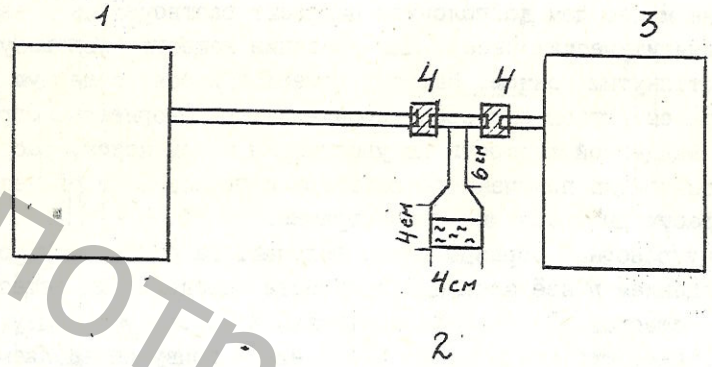
Измерения концентраций (мет)акриловых соединений включают методики газожидкостной хроматографии с предварительным концентрированием веществ из анализируемой среды.

I.7.I. Хроматографический анализ.

Хроматографический анализ проводят на газовом хроматографе серии "Цвет-I00" с пламенно-ионизационным детектором. В качестве газа-носителя используют азот. Для анализа кислот газ-носитель насыщают парами муравьиной кислоты с целью подавления необратимой адсорбции определяемых кислот в хроматографической колонке, а также коммуникациями термостата прибора. Для этого перед входом в термостат хроматографа в линию газа-носителя устанавливают сосуд с 5-7 мл муравьиной кислоты (рис.I.I.).

Хроматографирование проводят на насадочных колонках с различными сорбентами, что повышает надёжность разделения и идентификации определяемых веществ [18]. Используют трехметровые металлические и стеклянные колонки с диаметром 3-4 мм. Перед заполнением насадкой колонки промывают последовательно водой, ацетоном и гексаном, а затем высушивают в токе воздуха.При заполнении колонки насадкой в колонку со стороны, подключаемой к детектору, вкладывают пробку из стекловолокна и подсоединяют этот конец колонки к вакуумному насосу. Постукивая по колонке,заполня-

Схема насыщения газа-носителя парами муравьиной кислоты



I - источник газа-носителя, 2 - сосуд с муравьиной кислотой, 3 - термостат хроматографа, 4 - шланговые соединения

Рис. I.I.

ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора
Информационный ресурс

ют её через воронку насадкой. Насадку закрепляют в колонке пробкой из стекловолокна.

Идентификацию (мет)акриловых соединений в анализируемой пробе проводят по времени их удерживания на колонках с различными насадками.

I.7.2. Количественное определение.

Количественное определение проводят методом абсолютной градуировки, которую осуществляют по искусственным градуировочным растворам и образцам, а также парогазовым смесям (ПГС) [16].

Градуировочные растворы готовят весовым методом в калибровочных колбах. Вещество вносят в колбу по каплям. Предварительно в колбу не менее чем до половины наливают растворитель и взвешивают на аналитических весах. Для внесения вещества используют пипетку с оттянутым концом. Навеску вещества вносят в мерную колбу таким образом, чтобы оно сразу попадало в растворитель. Определяют массу введенной жидкости по увеличению массы колбы, рассчитывают концентрацию полученного раствора и последующим разведением готовят растворы требуемых концентраций.

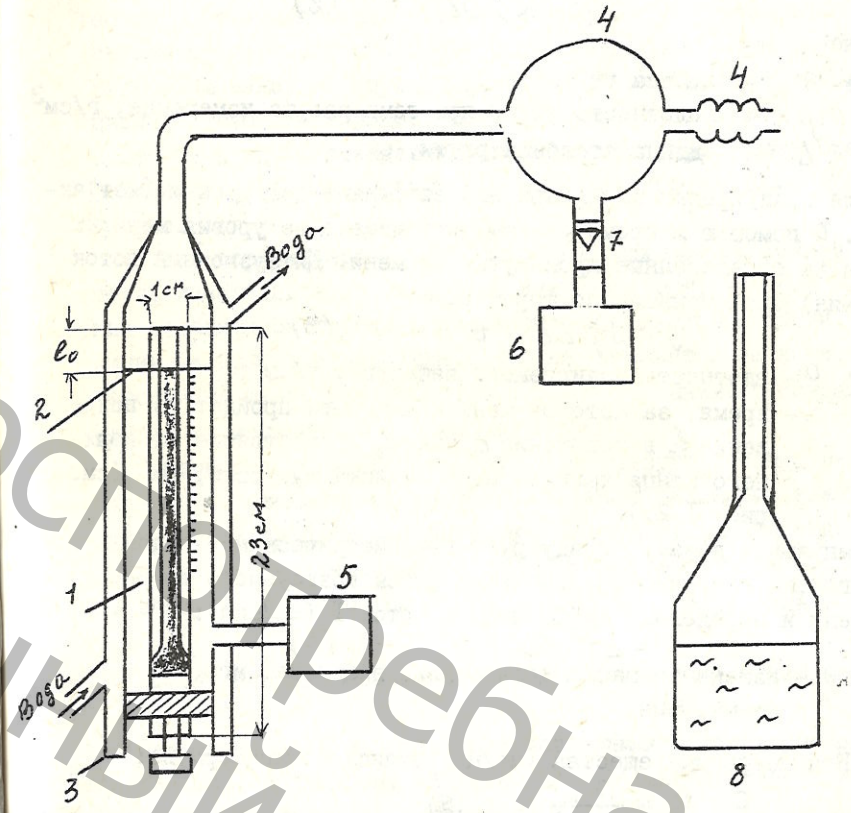
Градуировочные образцы почвы получают на основе контрольной почвы введением в неё заданных количеств определяемых веществ в виде их растворов. В качестве контрольной используют почву, отобранную в зоне, где исключается попадание в почву определяемых веществ. Контрольная почва исследуется на содержание определяемых веществ, затем высушивается на листах бумаги в тени до воздушно-сухого состояния. Затем из неё готовят аналитическую пробу (см. п.п. I5. 3).

Для создания калибровочных ПГС применяют капиллярные диффузионные дозаторы - поршневые и ампульные, принцип действия которых основан на медленном введении дозируемого потока в струю газа-носителя. [11,13,19] . Дозаторы изображены на рис. I.2.

Поршневой дозатор представляет собой калиброванный капилляр, в котором высота столба дозируемой жидкости регулируется с помощью поршня из фторопласта.

Над капилляром пропускается газ-новитель с определенной скоростью. Схема установки для создания ПГС с помощью диффузионного дозатора приведена на рис. I.2.

Схема установки для создания парогазовой смеси



I – поршневой капиллярный диффузионный дозатор, 2 – микрометр, 3 – термостатирующая водяная рубашка, 4 – смеситель, 5 – компрессорная установка для разбавления ПГС, 5 – источник газа-носителя, 7 – ротаметр, 8 – ампульный дозатор

Рис. I.2.

ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора
Информационный ресурс

Для определения сечения капилляра в него вводят ртуть, измеряют длину её столба в капилляре, а затем взвешивают ртуть в бюксе. Сечение капилляра S /$см^2$/ вычисляют по формуле:

$$S = Q/\rho L \qquad (2)$$

где Q – масса ртути, г;
ρ – плотность ртути при температуре измерения, $г/см^3$;
L – длина столбика ртути, см.

Для градуировки капилляра его заполняют дозируемым (мет)акрилатом. С помощью микрометра измеряют изменение уровня мениска жидкости за определённые промежутки времени. Диффузионный поток J (мг/мин) рассчитывают по формуле:

$$J = S\rho\Delta l/t \qquad (3)$$

где ρ – плотность дозируемого вещества, $г/см^2$;
t – время, за которое мениск жидкости пройдет из положения l_0 в положение l, мин; l_0 – расстояние от верхнего конца капилляра до мениска жидкости, см. (см. рис. I.2.).

Ампульный дозатор градуируют гравиметрическим методом. Строят график зависимости изменения массы дозируемого вещества от времени и определяют диффузионный поток I (мг/мин):

$$J = \Delta Q/t \qquad (4)$$

где Q – изменение массы дозируемого вещества, мг;
t – время, мин.

Концентрацию вещества (мг/м) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{10^3 \cdot J}{v} \qquad (5)$$

где v – скорость порога газа-носителя, л/мин.

Для создания низких значений концентраций вещества ПГС разбавляют с помощью компрессорной установки.

I.7.3. Концентрирование (мет)акриловых соединений из воздуха.

Улавливание (мет)акриловых соединений из воздуха осуществляют на твердый сорбент при температуре окружающей среды. В качестве концентрирующего сорбента для кислот и 2-ЭГА используют хезасорб АW- НМДS , содержащий 5% SE-30.

Для улавливания метиловых и бутиловых эфиров акриловых кислот применяют сорбент с более развитой поверхностью силохром С-80, содержащий 5% ПМС-100.

Сорбент помещают в специальные трубки, изготовленные таким образом, чтобы проводить термодесорбцию непосредственно в испарителе хроматографа. С этой целью газонаправляющую трубку испарителя заменяют на втулку, фиксирующую сорбционную трубку. Сорбционная трубка в втулкой, состыкованные с помощью конусного шлифа, имитируют стандартную газонаправляющую трубку. Схема устройства для термодесорбции в испарителе хроматографа приведена на рис. I.3.

Конец сорбционной трубки, который поджимается гайкой испарителя, имеет сквозное отверстие для газа-носителя. После введения сорбционной трубки в испаритель время стабилизации нулевой линии не превышает I,5 мин., что не отражается на качестве измерений по шкале электрометра 20.10^{-12}А. Вынимают сорбционную трубку из испарителя с помощью пинцета.

В качестве заглушек для трубок используют кусочки резиновых шлангов со стеклянными пробками. Очищают резиновые шланги со стеклянными пробками кипячением в дистиллированной воде.

Для анализа атмосферного воздуха отбирают I-3 л исследуемого воздуха со скоростью 0,I – 0,2 $дм^3$/мин в течение I0-I5 мин.

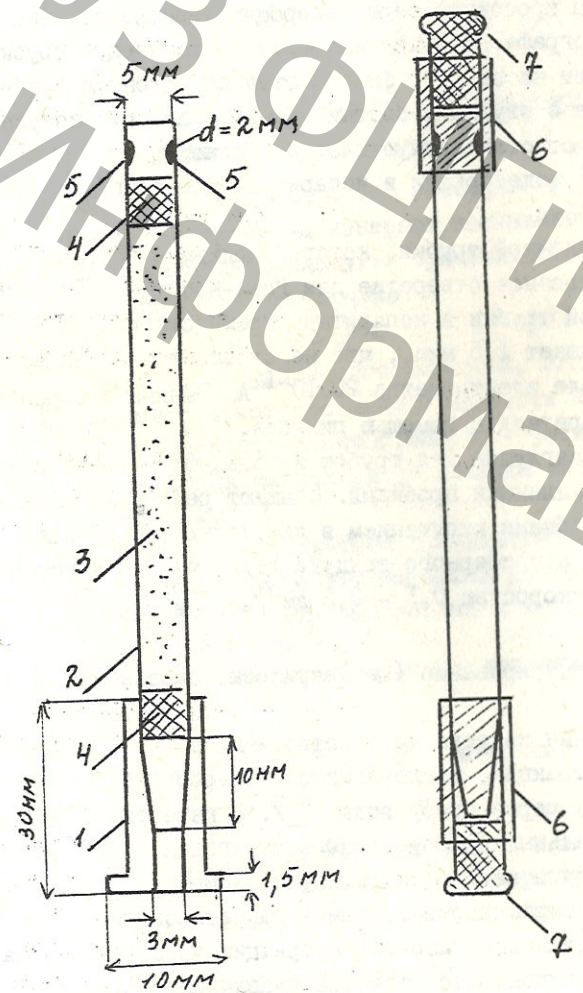
I.7.4. Концентрирование (мет)акриловых соединений из воды.

Для извлечения из воды малорастворимых эфиров используют метод газовой экстракции, заключающийся в барботировании инертного газа-экстрагента через пробу воды [I.7]. В качестве барбатера применяют поглотительный прибор, газа-экстрагента – азот из баллона. Скорость подачи азота контролируют реометром, колиброванным с помощью пенного расходомера, время барбатирования – по секундомеру. Схема установки газовой экстракции представлена на рис. I.4. Экстрагированные вещества улавливают в сорбционных трубках. Сконцентрированные в трубках примеси извлекают термодесорбцией в испарителе хроматографа.

Для концентрирования кислот в воде используют метод упаривания. Процесс упаривания пробы осуществляют в фарфоровых чашках на электрической плитке малыми порциями, поддерживая режим легкого кипения без разбрызгивания упариваемой жидкости. Упаривают кислоты в виде их солей, после проведения концентрирования соли вновь переводят в кислоты.

ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора
Информационный экземпляр

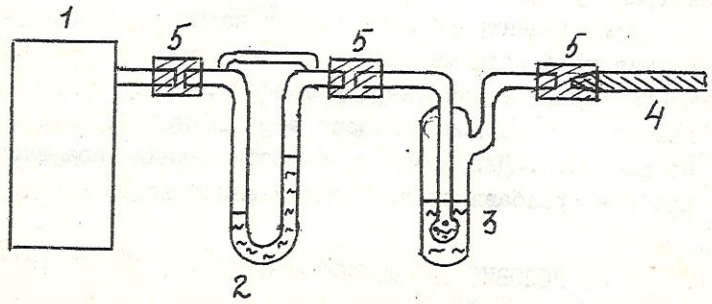
Устройство для термодесорбции в испарителе хроматографа



1 – фиксирующая втулка, 2 – сорбционная трубка, 3 – сорбент, 4 – пробка из стекловолокна, 5 – отверстия для газа-носителя, 6 – резиновый шланг заглушки, 7 – стеклянная пробка заглушки

Рис. I.3.

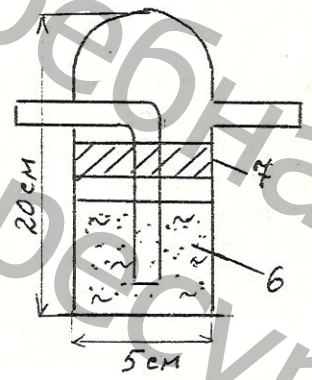
Схема установки для газовой экстракции



1 – источник газа-экстрагента, 2 – реометр, 3 – барботер (поглотительный прибор с шариковым распылителем), 4 – – сорбционная трубка, 5 – шланговые соединения

Рис. I.4.

Разъемный барботер



6 – разбавленная водой проба почвы, 7 – шлиф

Рис. I.5.

ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора Информационный ресурс

I.7.5. Концентрирование (мет)акриловых соединений из почвы.

Акриловую и метакриловую кислоты извлекают из почвы экстрагентом, содержащим в своём составе дистиллированную воду. Затем экстракт упаривают, переведя предварительно кислоты в соли.

Для концентрирования эфиров из почвы используют как и в случае проб воды метод газовой экстракции с улавливанием извлеченных примесей на твёрдый сорбент. Пробу почвы для проведения газовой экстракции помещают в разъёмный барбатер, изображенный на рис. I.5. Для процесса барботирования газа-экстрагента через пробу её разбавляют дистиллированной водой.

I.8. УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ.

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха, °С	20 ± 5
- атмосферное давление, КПа (мм.рт.ст.)	84,0 - I06,7 (630 - 800)
- влажность воздуха при температуре 25°С,%	не более 80

2. КОНТРОЛЬ (МЕТ)АКРИЛОВЫХ СОЕДИНЕНИЙ В АТМОСФЕРНОМ ВОЗДУХЕ НАСЕЛЁННЫХ МЕСТ.

2.I. ОПРЕДЕЛЕНИЕ АКРИЛОВОЙ И МЕТАКРИЛОВОЙ КИСЛОТ (ОТБОР НА ТВЁРДЫЙ СОРБЕНТ).

Методика предназначена для измерения массовых концентраций АК и МАК в атмосферном воздухе в диапазоне 0,005 - 0,5 мг/м^3.

Определению не мешают: БА,БМА, 2-ЭГА, уксусная и пропионовая кислоты, ароматические углеводороды.

2.I.I. Погрешность измерения.

Суммарная погрешность измерения АК не превышает 22%, МАК - 20%.

2.I.2. Метод измерения.

Определение основано на газохроматографическом измерении концентраций акриловой и метакриловой кислот, улавливаемых на твёрдый сорбент хезасорб AW- НМД с 5% SE-30.

2.I.3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы.

2.I.3.I. Средства измерений.

Хроматограф лабораторный газовый серии "Цвет-I00" с пламенно-ионизационным детектором.

Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24I04-80Е
Меры массы	ГОСТ 7328 -82Е
Электроаспиратор 822	ГОСТ I2.2.025-76
или электроаспиратор ЭА-I	ТУ 25-II-I4I4-78
Секундомер, класс 3	ГОСТ 5072 - 79 Е
Термометр ТМ-8; пределы измерения от - 35 до 40°С	ГОСТ II2 - 78Е
Барометр анероид М-67	ТУ 2504-I797-75
Линейка измерительная	ГОСТ 427 - 56

ФБУЗ ЦНИЭ Роспотребнадзора
Информационный ресурс

2.I.3.2. Вспомогательные устройства.

Редуктор кислородный	ТУ 26-05-235-70
Редуктор водородный	ТУ 26-05-463-76
Дозаторы диффузионные капиллярные ампульные (рис.I.2).	
Аппарат для перегонки	
Компрессорная установка типа УК-25/I,6	ТУ 64-I-2748-74
или компрессорная установка типа УК	ТУ 22-587I - 84
Втулка для фиксации в испарителе сорбционных трубок (см. рис. I.3)	
Трубки сорбционные (см. рис. I.3).	
Колонка хроматографическая стеклянная 300 х 0,3 см	ГОСТ 22056 - 76
Сосуд для муравьиной кислоты (см.рис.I.I.)	

2.I.3.3. М а т е р и а л ы

Трубка резиновая	ГОСТ 5496 - 57
Стекловолокно	

2.I.3.3. Р е а к т и в ы

Акриловая кислота, ч очищенная перегонкой	МРТУ 6-09-5886-69
Метакриловая кислота, ч очищенная перегонкой	МРТУ 6-02-I768-64
Твердый носитель хроматон N-AW-НМДS, (0,20-025 мм)	
Хроматографический сорбент AW-НМДS (0,25-0,30 мм), пропитанный 5% SE - 30	
Жидкая фаза полиэтиленгликольадипинат (ПЭГА), ч.д.а	ТУ СП-65-67
Хлороформ х.ч.	ГОСТ 3I60 - 5I
Муравьиная кислота, ч.д.а,	ГОСТ 5848 - 60
Азот газообразный	ГОСТ 9293 - 74
Водород газообразный	ГОСТ 3022 - 77
Воздух от компрессора или сжатый в баллонах	ГОСТ II882 - 73.

2.I.4. Подготовка к выполнению измерений.

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие операции:

- подготовка испарителя хроматографа
- подготовка газа-носителя
- подготовка хроматографической колонки
- подготовка сорбционных трубок

2.I.4.I. Подготовка испарителя хроматографа.

Из испарителя хроматографа вынимают газонаправляющую трубку и устанавливают втулку для фиксации сорбционных трубок.

2.I.4.2. Подготовка газа-носителя.

В линию газа-носителя (азот) перед входом в термостат хроматографа устанавливают сосуд с муравьиной кислотой (рис. I.I.)

2.I.4.3. Подготовка хроматографической колонки.

Готовят хроматографическую насадку I0% ПЭГА на хроматоне. I г жидкой фазы ПЭГА растворяют в подогретом хлороформе и заливают раствором I0 г хроматона, смесь встряхивают и оставляют до полного испарения растворителя. Готовой насадкой заполняют стеклянную трехметровую колонку, устанавливают её в термостате хроматографа без подсоединения к детектору и кондицируют в течение 8 час. при постепенном повышении температуры от 50 до I80 °С. Затем колонку подсоединяют к детектору и записывают нулевую линию на шкале электрометра $20 \cdot I0^{-I2}$ А.

2.I.4.4. Подготовка сорбционных трубок.

В сорбционную трубку с одного конца помещают пробку из стекловолокна высотой около I см, засыпают при постукивании 0,7 г сорбента хезасорб AW - НМДS, обработанный 5% SE-30 и фиксируют его также пробкой из стекловолокна. Подготовленные сорбционные трубки поочередно кондиционируют в испарителе хроматографа при 220 °С в течение 2 ч. Охлажденные трубки закрывают заглушками с обоих концов и помещают в эксикатор.

2.I.4.5. Условия проведения хроматографического анализа.

Для проведения анализа устанавливают следующий режим прибора:

Температура °С	
испарителя	220

ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора
Информационный ресурс

колонки	130
скорость потока, $см^3$/мин	
азота	40
водорода	40
воздуха	400
скорость протяжки диаграммной ленты, мм/ч	240

2.I.4.6. Установление градуировочной характеристики.

Для установления градуировочной характеристики создают ПГС АК и МАК с помощью капиллярных диффузионных ампульных дозаторов.

Для создания ПГС АК используют дозатор с внутренним диаметром капилляра около 0,I см и высотой 3,0 см, для МАК - соответственно 0,2 см и 3,0 см. Диффузионный поток пропускают со скоростью 0,05 $дм^3$/мин, разбавляющий варьирует от 0,I до I0,0 $дм^3$/мин. Дозаторы термостатируют при 20°С. Создают по 4 серии ПГС не менее 6-7 концентраций в диапазоне 0,005 - 0,5 $мг/м^3$. На сорбционные трубки отбирают по 2 $дм^3$ ПГС каждой концентрации. Проводят не менее 5 параллельных измерений каждой концентрации в каждой серии ПГС и результаты заносят в табл. 2.I.

Таблица 2.I.

Результаты определения градуировочной характеристики.

Вещество	Кол-во вещества, мкг, q	Шкала электрометра, А	Площадь пика, $см^2$, h_i	Среднее значение площади пика, $см^2$, $\bar{h}$	Градуировочный коэффициент $K = q/\bar{h}$, мкг/$см^2$

2.I.4.7. Отбор проб.

Через сорбционную трубку аспирируют воздух со скоростью 0,I $дм^3$/мин в течение 20 мин. По окончании отбора трубку заглушают и помещают в эксикатор. Отбирают не менее 2-х параллельных проб.

2.I.5. Выполнение измерений.

При выполнении измерений концентраций АК и МАК в пробах воздуха выполняют следующие операции.

Выводят прибор на рабочий режим по п.п.2.I.4.5. Сорбционную трубку с пробой вставляют в испаритель хроматографа, включают секундомер и диаграммную ленту. Затем прводят измерение второй параллельной пробы.

2.I.6. Обработка результатов измерений.

Обработку результатов измерений концентраций АК и МАК выполняют следующим образом: на хроматограмме измеряют площади пиков АК и МАК для двух параллельных проб; усредняют их значения и рассчитывают концентрации кислот по формуле:

$$C = \frac{K \cdot \bar{S}_{1,2}}{V} \quad мг/м^3$$

где К - градуировочный коэффициент (для шкалы электрометра), на которой зафиксирован пик, мкг/$см^2$;

$\bar{S}_{I,2}$ - усреднённое значение площадей пиков, $см^2$ (n = 2)

V - объём пробы воздуха, приведённый к нормальным условиям, $дм^3$ (0°С, I0I080 Па)

$$V = 273p \cdot V_t / (273 + t)\ I0I080$$

где p - атмосферное давление при отборе пробы, Па;

t - температура воздуха в месте отбора пробы, °С;

V_t - объём воздуха в месте отбора пробы при температуре t °С, $дм^3$.

2.I.7. Оформление результатов измерений.

Результаты измерений оформляют записью в журнале по форме, приведённой в табл. 2.2.

Таблица 2.2.

Результаты измерений

Кислота	Дата отбора	Проба	Шкала электрометра, А	Градуировочный коэф. К, мкг/$см^2$	Площадь пика, $см^2$, S_i	Среднее значение пл. пика, $\bar{S}_{I,2}$, $см^2$	Концентрация С, мг/м

ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора
Информационный ресурс

2.2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ АКРИЛОВОЙ И МЕТАКРИЛОВОЙ КИСЛОТ (ОТБОР В РАСТВОРИТЕЛЬ)

Методика предназначена для измерения массовых концентраций АК и МАК в атмосферном воздухе в диапазоне 0,04 - 5,0 мг/м^3.

Определению не мешают: БА, БМА, 2-ЭГА, уксусная и пропионовая кислота, ароматические углеводороды.

2.2.1. Погрешность измерения.

Суммарные погрешности измерения концентраций $А^{к}$ и МАК не превышают соответственно 21% и 20%.

2.2.2. Метод измерения.

Определение кислот основано на газохроматографическом измерении концентраций веществ, уловленных в дистиллированную воду.

2.2.3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы.

2.2.3.1. Средства измерений.

Хроматограф лабораторный газовый серии "Цвет-100" с пламенно-ионизационным детектором.

Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104-80Е
Меры массы	ГОСТ 7328-62Е
Электроаспиратор ЭА-1	ТУ 25-11-1414-78
или электроаспиратор 822	ГОСТ 12.2.025-76
Секундомер, класс 3	ГОСТ 5072 - 79Е
Термометр ТМ-8 пределы измерения -35 до + 40°С	ГОСТ 112-78Е
Барометр анероид М-67	ТУ 2504-1797-75
Микрошприц МШ-10	ТУ 2.833.106
Пипетки 2-2-5	ГОСТ 20292-74Е
Линейка измерительная	ГОСТ 427 - 56

2.2.3.2. Вспомогательные устройства.

Редуктор кислородный	ТУ 26-05-235-70
Редуктор водородный	ТУ 26-05-463-76
Дозаторы диффузионные капиллярные ампульные (рис. 1.4.)	

Компрессорная установка тип УК-25/1,6,	ТУ 64-1-2748-74
или УК	ТУ 22-5871-84
Колонка хроматографическая стеклянная 300х0,3 см	ГОСТ 22056-76
Поглотительные приборы с пористой пластинкой	ТУ-25-11-1136-75
Пробирки П 4-10-14/23хС	ГОСТ 25336 - 62
Груша резиновая	ГОСТ 5496

2.2.3.3. Материалы

Трубка резиновая, тип I	ГОСТ 5496-57
Стекловолокно	

2.2.3.4. Реактивы

Акриловая кислота, ч, очищенная перегонкой	МРТУ 6-09-5886-69
Метакриловая кислота, ч, очищенная перегонкой	МРТУ 6-02-1768-64
Твёрдый носитель хроматон N-AW- HMДS, (0,20-0,25мм)	
Жидкая фаза ПЭГА, ч.д.а.	ТУ 6П-65-67
Хлороформ, х.ч.	ГОСТ 3160-51
Муравьиная кислота, ч.д.а.	ГОСТ 5848-60
Дистиллированная вода	ГОСТ 6709-72
Азот газообразный	ГОСТ 9293 - 74
Водород газообразный	ГОСТ 3022 - 77
Воздух от компрессора или сжатый в баллонах	ГОСТ 11882 - 73

2.2.4. Подготовка к выполнению измерений.

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие операции: подготовка газа-носителя, подготовка хроматографической колонки, установление режима хроматографа, определение градуировочной характеристики, подготовка пробоотборного устройства, отбор проб.

2.2.4.1. Подготовка газа-носителя см.п.2.1.4.2.

2.2.4.2. Подготовка хроматографической колонки см.п.2.1.4.3.

2.2.4.3. Установление рабочего режима хроматографа см. п.2.1.4.4.

ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора Информационный ресурс

2.2.4.4. Установление градуировочной характеристики.

Для установления грудуировочной характеристики создают ПГС как описано в п.2.I.4.6.

В поглотительные приборы с 2мл дистиллированной воды отбирают до 30 $дм^3$ ПГС, содержащей различные количества кислот. Анализируют по 5 мкл поглотительного раствора. Проводят не менее 5 измерений каждой концентрации. Результаты измерений заносят в табл. 2.I.

2.2.4.5. Отбор проб.

Исследуемый воздух аспирируют через поглотительный прибор с 2мл дистиллированной воды во скоростью 0,2 $дм^3$/мин в течение I5 мин. После проведения отбора поглотительные приборы заглушают. Отбирают не менее 2-х параллельных проб.

2.2.5. Выполнение измерений.

При выполнении концентраций АК и МАК в пробах воздуха выполняют следующие операции:

Выводят прибор на рабочий режим по п.п. 2.I.4.5. Пробу из поглотительного прибора выливают в пробирку и анализируют 5 мкл. Делают не менее 3 измерений. Затем анализируют параллельную пробу.

2.2.6. Обработка результатов измерений.

Обработку результатов измерений концентраций АК и МАК выполняют следующим образом.

На хроматограмме измеряют площади пиков АК и МАК параллельных измерений, вычисляют среднее значение для каждой кислоты и рассчитывают концентрации по формуле:

$$C = \frac{K \cdot \bar{S} \cdot V_{пр.}}{V_a \cdot V_o} \quad (мг/м^3)$$

где K – градуировочный коэффициент, $мкг/см^2$;

$\bar{S}$ – усредненное значение площади хроматографического пика, $см^2$;

V_a – объём пробы, взятый для анализа, $см^3$;

V_o – объём исследуемого воздуха, $дм^3$, приведённый к нормальным условиям (см. п.2.I.7.).

$V_{пр}$ – объём пробы, $см^3$.

2.2.7. Оформление результатов измерений.
См. п.2.I.7.

2.3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТИЛАКРИЛАТА И МЕТИЛМЕТАКРИЛАТА.

Методика предназначена для измерения массовых концентраций МА и ММА в атмосферном воздухе в диапазоне 0,002 –0,2$мг/м^3$. Определению не мешают: ацетон, метанол, изопропанол, бутанол, акрилонитрил, этилацетат, БА, ЕМА, 2-ЭГА, АК, МАК.

2.3.I. Нормы погрешности измерения.

Значения суммарных погрешностей измерения концентраций МА и ММА не превышают 22%.

2.3.2. Метод измерения.

Определение МА и ММА основано на газохроматографическом измерении концентраций веществ, уловленных на твёрдый сорбент.

2.3.3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы.

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

2.3.3.I. Средства измерений см. п. 2.I.3.I.

2.3.3.2. Вспомогательные устройства

Редуктор кислородный	ТУ 26-05-235-70
Редуктор водородный	ТУ 26-05-463-76
Дозаторы диффузионные капиллярные поршневые (рис. I.2).	
Реометр стеклянный лабораторный типа РДС	ГОСТ 9932-6I
Компрессорная установка типа УК-25/I,6,	ТУ-64-I-2748-74
или компрессорная установка	ТУ 22-587I-84
Колонки хроматографические, 300х0,3 см	ГОСТ 22056-76
Втулка для фиксации сорбционных трубок (рис. I.3)	

ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора
Информационный ресурс

Сорбционные трубки (рис.I.3.)	
Стакан химический вместимостью I00 мл	ГОСТ 25336-28
Аппарат для перегонки	
Чашки выпарительные вместимостью I00 мл	ГОСТ 9I47-80
Эксикатор	ГОСТ 637I-73

2.3.3.3. Материалы

Трубка резиновая , тип I	ГОСТ 5496-57
Стекловолокно	

2.3.3.4. Реактивы

Метилакрилат, ч. перегнанный	ТУ 8П-I45-68
Метилметакрилат, хром.чистый	ТУ ИРЕА-29-66
Твердый носитель хроматон N- AW - HMДS, (0,20-0,25 мм) или хроматон N- "Super", или хроматон N-AW- ДМCS	
Твёрдый носитель силохром С-80, (0,25-0,5 мм)	ТУ 6-09-I7-48-74
Жидкая фаза дидецилфталат (ДДФ); ч	МРТУ 6-09-958-63
Жидкая фаза полиметилсилоксан ПМС-I00, ч	МРТУ 6 Ne Y
Жидкая фаза полифенилметилсилоксан ПФМС-4, ч	ГОСТ I5866 - 70
Диэтиловый эфир, х.ч.	ГОСТ 6709-72
Азот газообразный	ГОСТ 9293 - 74
Водород газообразный	ГОСТ 3022 - 77
Воздух от компрессора или сжатый в баллонах	ГОСТ II882-73

2.3.4. Подготовка к выполнению измерений.

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие операции:

- подготовка испарителя хроматографа
- подготовка хроматографических колонок
- подготовка сорбционных трубок
- установление рабочего режима хроматографа
- определение градуировочной характеристики
- отбор проб.

2.3.4.I. Подготовка испарителя хроматографа см. п. 2.I.4.I.

2.3.4.2. Подготовка хроматографических колонок.

Готовят две хроматографические насадки: насадка № I - I5% ДДФ на хроматоне и насадка № 2 - I0% ПМС - I00 + 20% ПФМС-4 на хроматоне.

Для приготовления насадки № I 2,25 г жидкой фазы ДДФ растворяют в диэтиловом эфире и заливают раствором I5 г хроматона, смесь встряхивают и оставляют до полного испарения эфира. Для приготовления насадки № 2 I г жидкой фазы ПМС-I00 и 2 г жидкой фазы ПФМС-4 растворяют в эфире и раствором заливают I0 г хлороформа, смесь встряхивают и оставляют до полного испарения растворителя.

Насадкой № I заполняют две трехметровые колонки, соединяют их последовательно переходником и устанавливают в термостате хроматографа без подсоединения к детектору (колонка №I). Насадкой № 2 заполняют трехметровую колонку, устанавливают её в термостате хроматографа без подсоединения к детектору. Колонки кондиционируют в потоке газа-носителя в течение 8 час при постепенном повышении температуры от 50 до I20°С. После окончания кондиционирования колонки присоединяют к детектору и записывают нулевую линии в условиях анализа при шкале электрометра 20.10^{-12} А.

2.3.4.3. Подготовка сорбционных трубок.

Жидкую фазу ПМС-I00 в количестве 0,5 г растворяют в эфире, раствором заливают I0 г носителя силохром С-80, смесь тщательно перемешивают и оставляют до полного испарения эфира. Готовым сорбентом по 0,3 г заполняют сорбционные трубки. Сорбент в трубках с обоих концов фиксируют пробками из стекловолокна. Подго - товленную сорбционную трубку вставляют в испаритель хроматографа, испаритель закрывают навинчивающейся гайкой с резиновым уплотнением и кондиционируют трубку в течение 2 час. при температуре 200°С. После кондиционирования трубку вынимают из испарителя пинцетом, охлаждают, заглушают и помещают в эксикатор.

2.3.4.4. Условия проведения хроматографического анализа.

Для проведения хроматографического анализа устанавливают следующий режим прибора:

Температура, °С	
испарителя	200
термостата	

ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора Информационный ресурс

колонок	90
Скорости потоков, $см^3$/мин	
азота	40
водорода	40
воздуха	400
Скорость движения диаграммной ленты, мм/ч	240

2.3.4.5. Установление градуировочной характеристики.

Для установления градуировочной характеристики создают ПГС МА и ММА с помощью капиллярного поршневого дозатора с площадью сечения около 0,0I $см^2$. Дозатор термостатируют при 20°С. Газ-носитель пропускают со скоростью 0,I $дм^3$/мин. В сорбционные трубки отбирают по I $дм^3$ ПГС различных концентраций во всем требуемом диапазоне измерения и проводят измерения в условиях анализа. Создают по 4 серии ПГС в диапазоне концентраций 0,002 – 0,2 $мг/м^3$. Делают по 5 параллельных измерений каждой концентрации в каждой серии. На хроматограммах измеряют высоты пиков и результаты заносят в табл. 2.3.

Таблица 2.3.

Результаты определения градуировочной характеристики.

Вещество	Кол-во вещества, мкг, q	Шкала электрометра, А	Высота пика, см, h_i	Среднее значение высоты пика, $\bar{h}$ см	Градуировочный коэффициент $K = q/\bar{h}$ мкг/см

2.3.4.6. Отбор проб.

Сорбционную трубку конусным концом подсоединяют к аспиратору. Исследуемый воздух аспирируют через трубку I0 мин со скоростью 0,I $дм^3$/мин. По окончании отбора трубку заглушают с обоих концов

и помещают в эксикатор. Отбирают не менее 4-х параллельных проб. Отобранные в сорбционных трубках пробы до анализа сохраняют в эксикаторе не более 3-х суток. Если эксикатор с пробами хранить в холодильнике, то срок возможен до недели. Для проведения холостого опыта вместе с пробами хранят контрольные сорбционные трубки, которые затем анализируют также, как и пробы.

2.3.5. Выполнение измерений.

При выполнении измерений концентрации МА и ММА в пробах воздуха выполняют следующие операции:

Выводят прибор на рабочий режим в соответствии с п.2.3.4.6.

Сорбционную трубку с пробой вставляют в испаритель хроматографа, соединенный с колонкой № I. Включают секундомер и диаграммную ленту. Проводят измерение второй параллельной пробы.

На колонке № 2 хроматографируют третью и четвертую параллельные пробы.

2.3.6. Обработка результатов измерений.

Обработку результатов измерений концентраций МА и ММА в пробах атмосферного создуха выполняют следующим способом.

На хроматограммах, полученных при хроматографировании проб на различных колонках, идентифицируют пики МА и ММА и для обработки выбирают ту хроматограмму, где наблюдается наибольшая степень разделения определяемых веществ с сопутствующими примесями.

Измеряют высоты пиков на хроматограмме двух параллельных измерений, усредняют их значения. Рассчитывают концентрации веществ по формуле:

$$C = \frac{K \cdot \bar{h}_{I,2}}{v} \quad мг/м^3$$

где К – градуировочный коэффициент для шкалы электрометра, на который зафиксирован пик, мкг/см;

$\bar{h}_{I,2}$ – усредненное значение величины пика, см (n=2);

v – объём пробы воздуха, приведённый к нормальным условиям, $дм^3$ (см. п. 2.I.6.).

ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора
Информационный ресурс

2.3.7. Оформление результатов измерений.

Результаты измерений оформляют по форме, приведённой в табл. 2.4.

Таблица 2.4.

Результаты измерений

Вещество	Дата отбора	Проба	Шкала электрометра, А	Градуировочный коэффициент, K_i, мкг	Высота пика, см, h_i	Среднее значение высоты пика, $\bar{h}$	Концентрация, С, мг/м³

2.4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ БУТИЛАКРИЛАТА И БУТИЛМЕТАКРИЛАТА

Методика предназначена для измерения массовых концентраций БА и БМА в атмосферном воздухе в диапазоне 0,002 - 0,1 мг/м³.

Определению не мешают: ацетон, метанол, изопропанол, бутанол, этилацетат, акрилонитрил, МА, ММА, АК, МАК, 2-ЭГА.

2.4.1. Погрешность измерения.

Суммарные погрешности измерения концентрации БА и БМА не превышают 20%, и 23% соответственно

2.4.2. Метод измерения.

Определяемые вещества улавливают на твёрдый сорбент силохром С-80 с 5% ПМС-100 и анализируют на колонках с различными сорбентами.

2.4.3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы.

2.4.3.1. Средства измерений см. п. 2.1.3.1.

2.4.3.2. Вспомогательные устройства см. П.2.3.3.2.

2.4.3.3. Материалы см. п.2.1.3.3.

2.4.3.4. Реактивы

Бутилакрилат, ч перегнанный	ТУ 6П-232-69
Бутилметакрилат, ч перегнанный	МРТУ 6-09-2941-66
Твёрдый носитель хроматон N-AW - HMDS, (0,20-0,25 мм), или хроматон N- "Super", или хроматон N-AW-ДМСS	
Твёрдый ностиель силохром С-80, (0,25-0,55мм)	ТУ-6-09-17-48-79
Жидкая фаза ПМС-100, ч	МРТУ 6 №е у
Жидкая фаза полифенилметилсилоксан ПФМС-4	ГОСТ 15866-70
Жидкая фаза полиэтиленгликольадипенат (ПЭГА), ч.д.а.	ТУ 6П65-67
Диэтиловый эфир	ГОСТ 6265-52
Хлороформ, х.ч.	ГОСТ 3160 - 51
Азот газообразный	ГОСТ 9293 - 74
Водород газообразный	ГОСТ 3022 - 77
Воздух от компрессора или сжатый в баллонах.	ГОСТ 11882 - 73

2.4.4. Подготовка к выполнению измерений

2.4.4.1. Подготовка испарителя хроматографа см. п. 2.1.4.1.

2.4.4.2. Подготовка хроматографических колонок.

Готовят две хроматографические насадки. Насадка № 1 - 10% ПМС-100+20% ПФМС-4 на хроматоне (для колонки № 1); насадка № 2-20%

ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора
Информационный ресурс

ПЭГА на хроматоне (для колонки № 2). Насадку № I готовят как описано в п. 2.3.4.2. Насадку № 2 готовят следующим образом: 2 г ПЭГА растворяют в подогретом хлороформе, раствором заливают I0 г хроматона, смесь встряхивают и оставляют до полного испарения хлороформа. Подготовленными насадками заполняют две 3-х метровые колонки, устанавливают их в термостате хроматографа без подсоединения к детектору и кондиционируют в течение 8 час при постепенном повышении температуры от 50 до I50°С. После окончания кондиционирования колонки присоединяют к детекторам.

2.4.4.3. Подготовка сорбционных трубок см. п. 2.3.4.3.

2.4.4.4. Условия проведения хроматографического анализа.

Хроматографирование проб атмосферного воздуха на содержание концентраций БА и БМА проводят последовательно на 2-х колонках с разными насадками при следующих условиях:

Температура, °С	
испарителя	220
колонки № I	80
колонки № 2	I00
Скорости потоков, $см^3$/мин	
азота	40
водорода	40
воздуха	400
Скорость протяжки диаграммной ленты, мм/ч	240

2.4.4.5. Установление градуировочной характеристики.

Для установления градуировочной характеристики создают ПГС БА и БМА с помощью капиллярных диффузионных ампульных дозаторов. Для создания ПГС БА используют дозатор с внутренним диаметром капилляра около 0,08 см и высотой 4,0 см, БМА - соответственно

около 0,4 см и 2,5 см. Дозаторы термостатируют при 20°С. Газ-носитель пропускают со скоростью 0,05-0,I $дм^3$/мин. На сорбционные трубки отбирают ПГС, содержащую различные количества измеряемых веществ в объёме до 3 $дм^3$. Делают по 4 серии ПГС в диапазоне концентраций 0,002 - 0,I $мг/м^3$ и проводят по 5 - 6 параллельных измерений. На хроматографах измеряют высоты пиков и результаты заносят в табл. 2.3.

2.4.4.6. О т б о р п р о б.

Сорбционную трубку концом с отверстиями подсоединяют к аспиратору. Воздух аспирируют через трубку в течение I5 мин со скоростью 0,2 $дм^3$/мин. После окончания отбора трубку заглушают с обоих концов и помещают в эксикатор. Отбирают не менее 4-х параллельных проб. Сорбционные трубки с уловленными примесями до анализа возможно сохранять в эксикаторе, но не более одной недели. Вместе с пробами хранят четыре контрольные сорбционные трубки, которые анализируют наряду с пробами.

2.4.5. Выполнение измерений.

При выполнении измерений концентраций БА и БМА в пробах атмосферного воздуха выполняют следующие операции:

Устанавливают рабочий режим прибора для колонки № I (см. п. 2.4.4.4.). Сорбционную трубку с пробой вставляют в испаритель хроматографа, соединенный с колонкой № I. Включают секундомер и диаграммную ленту. Проводят анализ второй параллельной пробы. Третью и четвертую параллельные пробы анализируют на колонке № 2 (см. п.2.4.4.4.).

2.4.6. Обработка результатов измерения (см. п. 2.3.6.).

2.4.7. Оформление результатов измерения (см. п.2.3.7.).

ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора
Информационный ресурс

2.5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ 2-ЭТИЛЕНГЕКСИЛАКРИЛАТА

Методика предназначена для измерения массовых концентраций 2-ЭГА в атмосферном воздухе в диапазоне 0,001 - 0,1 мг/м^3.

Определению не мешают: изопропиловый, бутиловый, 2-этилгексиловый спирты, БА, БМА, МА, МАК, ароматические углеводороды.

2.5.1. Погрешность измерения.

Суммарная погрешность измерения концентраций 2-ЭГА не превышает 23,5%.

2.5.2. Метод измерения.

Определяемое вещество улавливают на твердый сорбент хезасорб AW - НМДS с 5% SE-30 и анализируют на колонках с различными насадками.

2.5.3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы.

2.5.3.1. Средства измерений см. П. 2.3.3.1.

2.5.3.2. Вспомогательный устройства см. п. 2.3.3.2.

2.5.3.3. Материалы см. п.2.1.3.3.

2.5.3.4. Реактивы.

2-этилгексилакрилат, ч перегнанный	ТУ 6-09-09-28-76
Твердый носитель хроматон N- AW- НМДS (0,20 - 0,25 мм), или хроматон N- "Super", или хроматон N- AW - ДМСS	
Хроматографический сорбент хезасорб AW- НМД (0,25-0,30 мм) с 5% SE-30	

Жидкая фаза ПМС - 100, ч	МРТУ 6 N$_e$У
Жидкая фаза ПЭГА, ч.д.а.	ТУ 6П-65-67
Хлороформ, х.ч.	ГОСТ 3160-51
Диэтиловый эфир	ГОСТ 6709 - 72
Азот газообразный	ГОСТ 9293 - 74
Водород газообразный	ГОСТ 3022 - 77
Воздух от компрессора или сжатый в баллонах	ГОСТ 11882 - 73

2.5.4. Подготовка к выполнению измерений.

2.5.4.1. Подготовка испарителя хроматографа см. п.2.1.4.1.

2.5.4.2. Подготовка хроматографических колонок.

Готовят две хроматографические насадки. Насадка № 1 - 10% ПМС-100 на хроматоне: 1 г фазы ПМС-100 растворяют в диэтиловом эфире и раствором заливают 10 г хроматона, смесь слегка встряхивают и испаряют эфир до сыпучего состояния насадки. Насадку № 2 - 20% ПЭГА на хроматоне готовят как описано в п.2.4.4.2.

Готовыми насадками заполняют две металлические трехметровые колонки, устанавливают их в термостате хроматографа без подсоединения к детектору и кондиционируют в течение 8 час при постепенном повышении температуры от 50 до 150°С. После окончания кондиционирования колонки подсоединяют к детектору.

2.5.4.3. Подготовка сорбционных трубок см. п.2.1.4.4.

2.5.4.4. Условия проведения хроматографического анализа.

Для проведения хроматографического анализа используют две колонки со следующими режимами работы:

Температура, °С	
испарителя	250
колонки № 1	130
колонки № 2	100

ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора Информационный ресурс

Скорость потоков, $см^3$/мин	
азота	40
водорода	40
воздуха	400
Скорость протяжки диаграммной ленты, мм/ч	240

2.5.4.5. Установление градуировочной характеристики.

Для установления градуировочной характеристики создают ПГС 2-ЭГА с помощью диффузионного ампульного дозатора с внутренним диаметром капилляра 0,I см и высотой 8 см. Дозатор термостатируют при 25°С. Скорость диффузионного потока 0,05 $дм^3$/мин, скорость разбавляющего потока варьируют от 0,I до I0 $дм^3$/мин. Отбирают на сорбционные трубки по 2 л ПГС в диапазоне концентраций от 0,00I до 0,I $мг/м^3$. ПГС каждой концентрации создают не менее 4 раз и измеряют не менее 5 - 6 раз.

На хроматограмме измеряют высоты пиков и результаты заносят в табл. 2.3.

2.5.5.6. О т б о р п р о б

Сорбционную трубку концом с отверстиями подсоединяют к аспиратору и протягивают воздух в течение 20 мин со скоростью 0,I $дм^3$/мин. По окончании отбора трубку заглушают и помещают в эксикатор. Отбирают не менее 4-х параллельных проб.

Трубки с пробами, а также контрольные трубки возможно хранить в эксикаторе до анализа не более недели.

2.5.5. Выполнение измерений.

При выполнении измерений концентраций 2-ЭГА в пробах воздуха выполняют следующие операции:

Устанавливают рабочий режим для колонки № I (см. п. 2.5.4.4.).

Сорбционную трубку с пробой устанавливают в испарителе хроматографа, соединенном с колонкой № I.

Включают секундомер и диаграммную ленту.

Проводят измерение 2-ой параллельной пробы.

Устанавливают рабочий режим для колонки № 2 (см. п.2.5.4.4.) и анализируют 3-ю и 4-ю параллельные пробы.

2.5.6. Обработка результатов измерений см. п. 2.3.6.

2.5.7. Обработка результатов измерений см. 2.3.7.

ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора Информационный ресурс

3. КОНТРОЛЬ (МЕТ)АКРИЛОВЫХ СОЕДИНЕНИЙ В ВОДЕ ВОДОЕМОВ ХОЗЯЙСТВЕННО-ПИТЬЕВОГО ВОДОПОЛЬЗОВАНИЯ.

3.I. ОПРЕДЕЛЕНИЕ АКРИЛОВОЙ И МЕТАКРИЛОВОЙ КИСЛОТ.

Методика предназначена для измерения массовых концентраций АК и МАК в воде водоёмов хозяйственно-питьевого водопользования в диапазоне 0,02 - I,0 мг/дм^3.

Определению не мешают: эфиры акриловой и метакриловой кислот, содержащиеся в концентрациях до 20 мг/дм^3, пропионовая и уксусная кислоты.

3.I.I. Погрешность измерения

Суммарная погрешность измерения АК не превышает I5%, МАК - I7%.

3.I.2. Метод измерения

Определение АК и МАК основано на газохроматографическом измерении концентраций кислот после предварительного концентрирования их в пробе методом упаривания.

3.I.3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы.

3.I.3.I. Средства измерений

Хроматограф лабораторный газовый с пламенно-ионизационным детектором	
Весы аналитические ВЛА	ГОСТ 24I04 - 80 Е
Меры массы	ГОСТ 7328 - 82 Е
Секундомер, класс 3	ГОСТ 5072 - 79 Е
Линейка измерительная	ГОСТ 427 - 56
Лупа измерительная	ГОСТ 8309 - 75

Цилиндры мерные	2-I00-2 2-250-2	ГОСТ I770 - 74
Колбы мерные	2-I00-2 2-500-2	ГОСТ I770 - 74
Пипетки	4 - I - 2 4 - 5 - 2	ГОСТ 20292 - 80
Микрошприц МШ-I0		ГОСТ 8043 - 74

3.I.3.2. Вспомогательные устройства

Редуктор кислородный	ТУ 26-65-235 - 76
Редуктор водородный	ТУ 26-05-463-76
Колонка хроматографическая стеклянная 300 х 0,3 см	ТУ I550 - 33
Плитка электрическая	ГОСТ 306-58 и ГОСТ 303 - 56
Сосуд для муравьиной кислоты (рис. I.I.).	
Аппарат для перегонки	
Пробирки вместимостью 2 см^3	ГОСТ I770 - 74
Груша резиновая	ГОСТ 5496
Стаканы стеклянные термостойкие В-I-250 ТС	ГОСТ 25336 - 82
Чашки выпарительные вместимостью 25 см^3 и I00 см^3	ГОСТ 25336 - 82
Колбы конические вместимостью I00 см^3	ГОСТ 23932 - 79IЕ

ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора Информационный ресурс

3.I.3.3. Материалы

Стекловолокно	
Бумага индикаторная универсальная	ТУ 6-09-II8I-76

3.I.3.4. Реактивы

Акриловая кислота, ч перегнанная	ТУ 6-09-5886-69
Метакриловая кислота, ч перегнанная	ТУ 6-02-I7-68-64
Муравьиная кислота ч.д.а.	ГОСТ 5848 - 73
Серная кислота, х.ч. раствор (I : I) по объёму	ГОСТ 4204 - 77
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709 - 72
Гидроксид натрия, х.ч. 40% раствор	ГОСТ 4328 - 66
Твёрдый носитель хроматон N- AW- НМДС /0,20-0,25мм/ или хроматон N- "Спец" или хроматон N-AW- ДМКС	
Жидкая фаза ПЭГА, ч.д.а.	ТУ 6П-65-67
Азот газообразный	ГОСТ 9293 - 74
Водород газообразный	ГОСТ 3022 - 77
Воздух от компрессора или сжатый в баллонах	ГОСТ II882 - 73

3.I.4. Подготовка к выполнению измерений

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы:

- подготовка газа-носителя;

- подготовка хроматографической колонки;
- приготовление 40%-го раствора гидроксида натрия;
- приготовление раствора серной кислоты (I : I);
- установление рабочего режима хроматографа;
- определение градуировочной характеристики.

3.I.4.I. Подготовка газа-носителя - см. п.2.I.4.2.

3.I.4.2. Приготовление 40%-го раствора гидроксида натрия. 40 г гидроксида натрия растворяют в 60 мл дистиллированной воды.

3.I.4.3. Приготовление раствора серной кислоты (I:I)

К 50 мл дистиллированной воды медленно вливают 50 мл концентрированной серной кислоты. Раствор готовят в термостойком стакане.

3.I.4.4. Подготовка хроматографической колонки - см.п.2.I.4.3.

3.I.4.5. Условия проведения хроматографического анализа - см. п. 2.I.4.5.

3.I.4.6. Установление градуировочной характеристики.

Для определения градуировочной характеристики используют растворы АК и МАК в дистиллированной воде. В мерных колбах вместимостью 50 $см^3$ весовым методом готовят исходные растворы АК и МАК известной концентрации. Из исходных растворов в колбе на 50 $см^3$ готовят градуировочный раствор с концентрацией АК и МАК по 20 $мг/дм^3$. Из этого раствора в колбах вместимостью 0,5$дм^3$ готовят градуировочные растворы в соответствии с табл. 3.I.

ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора Информационный ресурс

Таблица 3.I.

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении АК и МАК

Номер градуировочного раствора	I	2	3	4	5
Объём раствора, $см^3$ (С=20 $мг/дм^3$)	0,40	I,2	2,5	I20	250
Концентрация градуировочного раствора, мг/мл	0,02	0,05	0,I	5,0	I0,0

Растворы кислот устойчивы в течение месяца. Готовят по 4 серии растворов. Каждую серию растворов разбивают на 3 подсерии. Хроматографируют каждую подсерию не менее 3 раз. Результаты измерений заносят в табл. 3.2.

Таблица 3.2.

Результаты определения градуировочной характеристики

Кислота	Концентрация раствора, мг/мл C	Шкала электрометра, A	Площадь пика, S_i, $см^2$	Среднее значение площади пика, $\bar{S}$, $см^2$	Градуировочный коэффициент, $K=\frac{C}{\bar{S}}$, $мг/дм^3 \cdot см^2$

3.I.5. Выполнение измерений

Объём пробы для концентрирования зависит от ожидаемых концентраций кислот: при содержании кислот в диапазоне 0,02 – 0,I $мг/дм^3$ упаривают I00 $см^3$, свыше 0,I $мг/дм^3$ – 50 $см^3$ пробы.

Концентрирование пробы проводят следующим образом:

В две конические колбы вместимостью I00 мл наливают 50-I00 мл пробы, подщелачивают раствором гидроксида натрия до слабой щелочной среды, которую контролируют универсальной индикаторной бумагой. Затем упаривают небольшими порциями в фарфоровых чашках вместимостью 25 $см^3$ на электрической плитке досуха. Охлажденный сухой остаток смывают 0,5 мл дистиллированной воды, подкисляют серной кислотой (I:I) до кислой среды, которую контролируют индикаторной бумагой. Концентрат переводят в пробирки.

Проверяют готовность аналитической колонки введением 5 мкл дистиллированной воды. При отсутствии в контрольном измерении пиков кислот приступают к хроматографированию пробы. В противном случае колонку промывают последовательным введением 5 мкл дистиллированной воды до полного отсутствия пиков кислот.

На хроматографический анализ отбирают микрошприцем 5 мкл концентрата и вводят в испаритель хроматографа.

Концентрации анализируют дважды.

Измеряют высоты пиков кислот по хроматограмме и усредняют их значения.

3.I.6. Обработка результатов измерений

Обработку результатов измерений концентраций АК и МАК в пробах воды выполняют следующим способом.

Измеряют высоты площади пиков по хроматограмме, полученные при анализе двух параллельных проб по два измерения каждой, и усредняют их значения.

Рассчитывают значения концентраций по формуле:

$$C = K_i \cdot \bar{S} \quad (I-4)$$

где K_i – градуировочный коэффициент для шкалы электрометра, на которой зафиксирован пик, $мг/дм^3$;

$\bar{S}$ (I-4) – усреднённое значение величин пика из 4-х измерений, $см^2$.

3.I.7. Оформление результатов измерений

Результаты измерений оформляют записью в журнале по форме, приведённой в табл. 3.3.

Табл. 3.3.

Результаты измерений

Дата	Проба	Кислота	Объём пробы,	Шкала электрометра	K_i, $\frac{мг}{дм^3 см^2}$	S_i, $см^2$	$\bar{S}_2$, $см^2$	C, $мг/дм^3$

ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора
Информационный ресурс

3.2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТИЛАКРИЛАТА И МЕТИЛМЕТАКРИЛАТА

Методика предназначена для измерения массовых концентраций МА и ММА в воде водоёмов хозяйственно-питьевого водопользования, [illegible] в диапазоне 0,0008 - 0,5 мг/дм^3.

Определению не мешают:
ацетон, этилацетат, акрилонитрил, метанол, хлороформ, БА, БМА, легкие предельные и непредельные углеводороды.

3.2.1. Погрешность измерения

Суммарная погрешность измерения МА не превышает 25%, ММА - 22,3%.

3.2.2. Метод измерения

Метод определения МА и ММА в воде основан на газохроматографическом измерении концентраций веществ, извлеченных из пробы газовой экстракцией и уловленных на твёрдый сорбент.

3.2.3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

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

3.2.3.1. Средства измерений

Хроматограф лабораторный газовый серии "Цвет-100" с пламенно-ионизационным детектором	
Весы аналитические ВЛА	ГОСТ 24104 - 80 Е
Меры массы	ГОСТ 7328 - 82 Е
Секундомер, класс 3	ГОСТ 5072 - 79 Е
Линейка измерительная	ГОСТ 427 - 56
Колбы мерные 2-50-2	ГОСТ 1770 - 74 Е
2-100-2	
Пипетки 4 - 5 - 2	ГОСТ 20292 - 74 Е
4 - 25 -2	

3.2.3.2. Вспомогательные устройства

Редуктор кислородный	ТУ 26-65-235-70
Редуктор водородный	ТУ 26-05-463-76

Вакуумный насос В II-46I	
Реометр стеклянный лабораторный типа РДС	ГОСТ 9932 - 6I
Колонки хроматографические металлические 300 х 0,3 см	ГОСТ 22056 - 76
Втулка для фиксации сорбционных трубок (рис. I.3)	
Сорбционные трубки (рис.I.3).	
Поглотительные приборы с шариковым распылителем (барботёром)	ТУ 25-III8 - 75
Штатив лабораторный (ШЛ)	ТУ 64-I-707-72
Аппарат для перегонки	ГОСТ 5496
Груша резиновая	ГОСТ 25336 - 82
Стакан химический вместимостью I00 см^3	
Чашка выпарительная вместимостью I00 см^3	ГОСТ 9I47 - 80
Эксикатор	ГОСТ 6371 - 73
Пенный расходомер	

3.2.3.3. М А Т Е Р И А Л Ы

Стекловолокно	
Шланги полихлорвиниловые, диаметром 3 - 4 мл или шланги из силиконовой резины, или шланги из медицинской резины	ТУ 64- 286 - 79 ТУ 38I06I52 - 77 ГОСТ 5496 - 78

3.2.3.4. Р е а к т и в ы

Метилакрилат, ч перегнанный	ТУ 8П-I45 - 68
Метилметакрилат, хром. чистый	ТУ ИРЕА 29 -66
Твёрдый носитель хроматон N- AW - НМДС (0,20-0,25 мм)	
или хроматон N- " Super"	
или хроматон N- AW- ДМСС	
Твёрдый носитель силохром С-80 (0,25 - 0,50 мм)	ТУ 6-09-I7-48-74
Жидкая фаза ДДФ, ч	МРТУ 6-09-950-63
Жидкая фаза ПМС-I00, ч	МРТУ 6 №У

ФБУЗ ФЦГИЭ Роспотребнадзора
Информационный ресурс

Жидкая фаза ПФМС-4, ч	ГОСТ I5866 - 70
Диэтиловый эфир, х.ч.	ГОСТ 6265 - 52
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709 - 72
Азот газообразный	ГОСТ 9293 - 74
Водород газообразный	ГОСТ 3022 - 77
Воздух от компрессора или сжатый в баллонах	ГОСТ II882 - 73

3.2.4. Подготовка к выполнению измерений

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы: подготовка испарителя хроматографа, подготовка хроматографических колонок, подготовка сорбционных трубок, подготовка установки для газовой экстракции, установление рабочего режима хроматографа, определение градуировочной характеристики.

3.2.4.I. Подготовка испарителя хроматографа - см, п.2.I.4.I.

3.2.4.2. Подготовка хроматографических колонок - см.2.3.4.2.

3.2.4.3. Подготовка сорбционных трубок - см. п.2.3.4.3.

3.2,4.4. Подготовка установки для газовой экстракции

К имточнику газа-экстрагента с помощью шланга подсоединяют реометр. Пенным расходомером проверяют калибровку реометра. Требуемая скорость потока газа-экстрагента I00 $см^3$/мин. Схема установки для газовой экстракции приведена на рис. I.4.

3.2.4.5. Условия проведения газохроматографического анализа см. п. 2.3.4.4.

3.2.4.6. Определение градуировочной характеристики

Для определения градуировочной характеристики МА и ММА в мерных колбах вместимостью 50 $см^3$ готовят исходные растворы МА и ММА в дистиллированной воде известной концентрации. Из исходных растворов в колбе вместимостью 200 $см^3$ готовят градуировочный раствор МА и ММА с концентрациями 20 $мг/дм^3$. Из этого раствора в колбах вместимостью I00 $см^3$ последовательным разбавлением готовят градуировочные растворы в соответствии с табл. 3.4.

Таблица 3.4.

Растворы для установления градуировочной характеристики МА и ММА

Номер градуировочного раствора	I	2	3	4	5
Объём раствора $см^3$ (С=20 $мг/дм^3$)	-	-	-	-	2,5
Объём раствора, $см^3$ (С=0,5 $мг/дм^3$)	-	-	I	I0	-
Объём раствора, $см^3$ (С=0,05 $мг/дм^3$)	I,6	2,0	-	-	
Концентрация градуировочного раствора, $мг/дм^3$	0,0008	0,00I	0,005	0,05	0,5

Готовят по 5 серий растворов каждой концентрации. Раствор с концентрацией 20 $мг/дм^3$ устойчив в течение 3-х недель. Растворы с меньшими концентрациями готовят непосредственно перед проведением измерений. Делают по 5 параллельных измерений каждой концентрации в каждой серии. Как описано в п.3.2.5. На хроматограммах измеряют высоты пиков и результаты измерений заносят в табл. 3.5.

Таблица 3.5.

Результаты определения градуировочной характеристики

Вещество	Концентрация, С, $мг/дм^3$	Шкала электрометра, А	Высота пика, h_i, см	Среднее значение высоты h, см	Градуировочный коэффициент, $K = \frac{C}{h}$, $мг/дм^3 \cdot см$

3.2.5. Выполнение измерений

При выполнении измерений концентраций МА и ММАа в пробах воды проводят следующие операции.

3.2.5.I. Выводят прибор на рабочий режим по п.2.3.4.4.

Проверяют частоту сорбционных трубок на шкале электрометра $20 \cdot I0^{-I2}{}_A$.

ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора
Информационный ресурс

3.2.5.2. Проверяют чистоту барботеров

Анализируют контрольные пробы дистиллированной воды из барботеров, предназначенных для работы. Контрольная проба не должна давать пиков со временем удерживания измеряемых веществ. В противном случае требуется дополнительная очистка барботеров. Барботеры моют хромовой смесью, затем промывают дистиллированной водой и пропаривают в течение 20 мин.

3.2.5.3. Проводят газовую экстракцию пробы следующим образом.

В поглотительный прибор заливают 5 мл пробы, подсоединяют его к реометру и укрепляют на штативе. К выходному концу поглотительного прибора подсоединяют сорбционную трубку конусным концом. Включают поток газа-экстрагента и доводят его до отметки реометра 100 $см^3$/мин. Включают секундомер и проводят газовую экстракцию в течение 10 мин. По истечении времени экстракции выключают поток газа-экстрагента и отсоединяют сорбционную трубку. Из барботера выливают проэкстрагированную пробу, заполняют его вновь анализируемой пробой и повторяют экстракцию. Всего анализируемую воду экстрагируют не менее 4-х раз, получая таким образом 4-е параллельные пробы.

Газовую экстракцию прводят в день отбора пробы. Сорбционные трубки с экстрагированными примесями до анализа сохраняют в эксикаторе. Трубки с пробами можно сохранять не более 3-х дней.

3.2.5.4. Для проведения хроматографического анализа сорбционную трубку с экстрагированными примесями устанавливают в испарителе хроматографа, соединенным с колонкой № I (см.п.2.3.4.4.). Включают секундомер и диаграммную ленту. Также анализируют вторую параллельную пробу.

Анализ 3-ей и 4-ой параллельных проб проводят на колонке № 2 (см. п. 2.3.4.4.).

3.2.6. Обработка результатов измерений

Обработку результатов измерений концентраций МА и ММА в пробах воды выполняют следующим способом:

На хроматограммах, полученных при хроматографировании параллельных проб на различных колонках, идентифицируют пики МА и ММА, а для обработки выбирают ту из хроматограмм, где наблюдается наибольшее деление определяемых веществ от сопутствующих примесей.

Измеряют высоты пиков на хроматограмме двух параллельных измерений и усредняют их значения.

Рассчитывают концентрации веществ по формуле:

$$C = K \cdot \bar{h}_{I,2} \quad мг/дм^3$$

где К - градуировочный коэффициент для шкалы электрометра, на которой зафиксирован пик, $мг/дм^3 \cdot см^2$

$\bar{h}_{I,2}$ - усреднённое значение величины пика, см (n=2).

3.2.7. Оформление результатов измерений

Результаты измерений оформляют записью в журнале по форме, приведённой в табл. 3.6.

Таблица 3.6.

Результаты измерений

Вещество	Дата отбора	Проба	Шкала электрометра: А	Градуировочный коэффициент К, $\frac{мг}{дм^3 \cdot см}$	Высота пика, h_i, см	Среднее значение высоты пика, $\bar{h}$, см	Концентрация, С, $мг/дм^3$

ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора
Информационный ресурс

3.3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ БУТИЛАКРИЛАТА И БУТИЛМЕТАКРИЛАТА

Методика предназначена для измерения массовых концентраций БА и БМА в воде водоёмов хозяйственно-питьевого водопользования в диапазоне 0,001 - 0,5 мг/дм^3.

3.3.1. Погрешность измерения

Суммарная погрешность измерения БА не превышает 17%, БМА - 21%.

3.3.2. Метод измерения

Определение БА и БМА в воде основано на газохроматографическом измерении концентраций веществ, извлеченных из пробы газовой стракцией, и уловленных на твёрдый сорбент.

3.3.3. Средства измерений, вспомогательные устройства и материалы

3.3.3.1. Средства измерений

Хроматограф лабораторный газовый серии "Цвет-100" с пламенно-ионизационным детектором	
Весы аналитические ВЛА	ГОСТ 24104 - 80 Е
Меры массы	ГОСТ 7328 - 82 Е
Секундомер, класс 3	ГОСТ 5072 - 79 Е
Линейка измерительная	ГОСТ 427 - 56
Колбы мерные 2-50-2	
2-100-2	ГОСТ 20292 - 74 Е
Пипетки 4 - 1 - 2	
4 - 5 - 2	ГОСТ 20292 - 74 Е

3.3.3.2. Вспомогательные устройства - см.п.3.2.3.2.

3.3.3.3. Материалы - см. п. 3.2.3.3.

3.3.3.4. Реактивы

Бутилакрилат, ч, перегнанный	ТУ БП - 232 - 69
Бутилметакрилат, ч, перегнанный	МРТУ 6-09-2941 - 66
Твёрдый носитель хроматон N-AW-HMDS (0,20 - 0,25 мм)	
или хроматон N- "Зарец"	
или хроматон N- AW- ДМСS	
Твёрдый носитель силохром С-80 (0,25-0,50 мл)	ТУ 6-09-17-48-74
Жидкая фаза ПМС-100, ч	МРТУ 6 МеУ
Жидкая фаза ПФМС -Ч, ч	ГОСТ 15866 - 70
Жидкая фаза ПЭГА, ч.д.а.	ТУ 6П-65-67
Хлороформ, х.ч.	ГОСТ 3160 - 51
Диэтиловый эфир	ГОСТ 6265 - 52
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709 - 72
Азот газообразный	ГОСТ 9293 - 74
Водород газообразный	ГОСТ 3022 - 77
Воздух от компрессора или сжатый в баллонах	ГОСТ 11882 - 73

3.3.4. Подготовка к выполнению измерений

3.3.4.1. Подготовка испарителя хроматографа-см.п.2.1.4.1.

3.3.4.2. Подготовка хроматографических колонок - см. п. 2.3.4.2.

3.3.4.3. Подготовка сорбционных трубок -см. п. 2.3.4.3.

3.3.4.4. Подготовка установки для газовой экстракции - см. п.3.2.4.4.

3.3.4.5. Условия проведения газо-хроматографического анализа - см. п. 2.3.4.4.

3.3.4.6. Определение градуировочной характеристики.

Для определения градуировочной характеристики БА и БМА в мерных колбах вместимостью 50 см^3 готовят исходные растворы

ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора
Информационный ресурс

БА и БМА в дистиллированной воде известной концентрации. Из исходных растворов в колбе вместимостью 100 $см^3$ готовят градуировочный раствор с концентрациями БА и БМА по 50 $мг/дм^3$. Из этого раствора в колбах по 50 $см^3$ последовательным разбавлением готовят градуировочные растворы в соответствии с табл. 3.7.

Таблица 3.7.

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении БА и БМА

Номер градуировочного раствора	1	2	3	4	5
Объём раствора $см^3$ (С=5 $мг/дм^3$)	5	0,5	–	–	–
Объём раствора, $см^3$ (С=0,5 $мг/дм^3$)	–	–	0,5	0,2	0,1
Концентрация градуировочного раствора $мг/дм^3$	0,5	0,05	0,005	0,002	0,001

Разбавленные градуировочные растворы готовят непосредственно перед проведением измерений. Готовят по 5 серий растворов каждой концентрации. Раствор с концентрацией 5 мг/л не изменяется в течение 20 суток.

Для определения градуировочной характеристики в условиях анализа измеряют каждый градуировочный раствор, делая по 5 параллельных измерений. На хроматограммах измеряют высоты пиков и результаты измерений заносят в табл. 3.5.

3.3.5. Выполнение измерений

При выполнении измерений концентраций БА и БМА в пробе воды выполняют следующие операции:

3.3.5.1. Выводят прибор на рабочий режим по п. 2.4.4.4.

Проверяют чистоту сорбционных трубок на шкале электрометра $20 \cdot 10^{-12}$ А.

3.3.5.2. Проверяют чистоту барботёра – см. п. 3.2.5.2.

3.3.5.3. Проводят газовую экстракцию следующим способом: в поглотительный прибор заливают 5 $см^3$ пробы, подсоединяют его к реометру и укрепляют на штативе. К выходному концу поглотительного прибора подсоединяют сорбционную трубку конусным концом, включают поток газа-экстрагента и доводят его до отметки реометра 150 $см^3$/мин. Включают секундомер и проводят газовую экстракцию в течение 20 мин. По истечении времени экстракции выключают поток газа-экстрагента и отсоединяют сорбционную трубку.

Из барботёра выливают проэкстрагированную пробу, заполняют его вновь анализируемой пробой и проводят экстракцию. Всего анализируемую воду экстрагируют не менее 4-х раз, получая таким образом 4-е параллельные пробы.

Газовую экстракцию проводят в день отбора пробы. Сорбционные трубки с уловленными примесями до анализа - сохраняют заглушенными в эксикаторе. Трубки с пробами можно хранить не более 3-х суток.

3.3.5.4. Для проведения хроматографического анализа трубку с экстрагированными примесями устанавливают в испарителе хроматографа, соединенным с колонкой № 1 (см. п. 2.4.4.4.). Включают секундомер и диаграммную ленту. Затем анализируют вторую параллельную пробу. Анализ третьей и четвертой параллельных проб проводят на колонке № 2 (см. п. 2.4.4.4.).

3.3.6. Обработка результатов измерений – см. п. 3.2.6.

3.3.7. Оформление результатов измерений – см. п. 3.2.7.

ФБУЗ ФЦГИЭ Роспотребнадзора
Информационный ресурс

3.4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ 2 - ЭТИЛГЕКСИЛАКРИЛАТА

Методика предназначена для измерения массовых концентраций 2-ЭГА в воде водоёмов хозяйственно-питьевого водопользования [illegible] в диапазоне 0,0005 - 0,5 мг/дм^3.

Определению не мешают: изопропиловый, бутиловый, 2 - этилгексиловый спирты, БА, БМА, ароматические углеводороды, АК и МАК.

3.4.1. Погрешность измерения

Суммарная погрешность измерения концентраций 2-ЭГА не превышает 23,5%.

3.4.2. Метод измерения

Определение 2-ЭГА основано на газохроматографическом измерении концентраций вещества, извлеченного и пробы газовой экстракцией и уловленного на твёрдый сорбент хезасорб AW-HMДS с 5% SE-30.

3.4.3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

3.4.3.1. Средства измерений

Хроматограф лабораторный газовый серии "Цвет-100" с пламенно-ионизационным детектором		
Весы аналитические ВЛА		ГОСТ 24104 - 80 Е
Меры массы		ГОСТ 7328 - 82 Е
Секундомер, класс 3		ГОСТ 5070 - 79 Е
Линейка измерительная		ГОСТ 427 - 56
Колбы мерные	2 - 50 - 2	
	2 -100 - 2	
	2 -500 - 2	
Пипетки	4 - 5 - 2	ГОСТ 1770 - 74 Е
	4 - 1 - 2	ГОСТ 20292 - 74 Е

3.4.3.2. Вспомогательные устройства - см. п. 3.2.3.2.

3.4.3.3. Материалы - см. п. 3.2.3.3.

3.4.3.4. Реактивы

2-этилгексилакрилат	ТУ 6-09-09-28-76
Твердый носитель Хроматон N - AW - HMДS (0,20-0,25 мм), или хроматон N - "Super", или хроматон N - AW ДМCS	
Хроматографический сорбент хезасорб AW - HMДS (0,25 - 0,30мм) с 5% E-30	
Жидкая фаза ПМС-100, ч	МРТУ 6 №У
Жидкая фаза ПЭГА, х.ч.	ТУ 6П - 65 - 67
Хлороформ, х.ч.	ГОСТ 3160 - 51
Диэтиловый эфир, х.ч.	ГОСТ 6265 - 52
Дистиллированная вода	ГОСТ 6709 - 72
Азот газообразный	ГОСТ 9293 - 74
Водород газообразный	ГОСТ 3022 - 77
Воздух от компрессора или сжатый в баллонах	ГОСТ 11882 - 73

3.4.4. Подготовка к выполнению измерений.

3.4.4.1. Подготовка испарителя хроматографа - см. п. 2.1.4.1.

3.4.4.2. Подготовка хроматографических колонок-см.п. 2.5.4.2.

3.4.4.3. Подготовка сорбционных трубок - см. п. 2.1.4.3.

3.4.4.4. Подготовка установки для газовой экстракции-см.п.3.2.4.4

3.4.4.5. Условия проведения газохроматографического анализа-см. п. 2.5.4.4.

ФБУЗ ФЦГИЭ Роспотребнадзора
Информационный ресурс

3.4.4.6. Определение градуировочной характеристики

Для определения градуировочной характеристики 2-ЭГА в мерной колбе вместимостью 50 $см^3$ взвешивают I каплю 2-ЭГА в дистиллированной воде. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 500$см^3$ и доводят до метки дистиллированной водой. Из исходного раствора в колбе вместимостью 50 $см^3$ готовят градуировочный раствор с концентрацией 5 мг/$дм^3$. Из этого раствора последовательным разбавлением готовят градуировочные растворы в соответствии с табл.3.8.

Таблица 3.8.

Раствор для установления градуировочной характеристики при определении 2-ЭГА

Номер градуировочного раствора	I	2	3	4	5
Объём раствора, $см^3$ (С=5 мг/$дм^3$)	5	0,5	–	–	–
Объём раствора, $см^3$(С=0,5 мг/$дм^3$)	–	–	0,5	0,I	0,05
Концентрация градуировочного раствора, мг/$дм^3$	0,5	0,05	0,005	0,00I	0,0005

Разбавленные градуировочные растворы готовят непосредственно перед проведением определения. Готовят по 5-6 серий растворов каждой концентрации. Исходный раствор с концентрацией более 5 мг/л не изменяется в течение недели.

Для определения градуировочной характеристики в условиях анализа измеряют каждый градуировочный раствор, делая по 5 параллельных измерений. На хроматограмме измеряют высоты пиков и результаты измерений заносят в табл. 3.5.

3.4.5. Выполнение измерений

При выполнении измерений концентраций 2-ЭГА в пробе воды выполняют следующие операции:

3.4.5.I. Выводят прибор на рабочий режим - см. п. 2.5.4.4.

Проверяют чистоту сорбционных трубок по шкале электрометра $20 \cdot I0^{-I2}$А.

3.4.5.2. Проводят газовую экстракцию.

В барботёр заливают 5 $см^3$ пробы, подсоединяют его к реометру и укрепляют на штативе. К выходному концу барботера подсоединяют сорбционную трубку конусным концом. Включают поток газа-экстрагента и доводят его до отметки I00 $см^3$/мин. Включают секундомер и проводят газовую экстракцию в течение 20 мин. По истечении времени экстракции выключают поток газа-экстрагента и отсоединяют сорбционную трубку. Из барботёра выливают проэкстрагированную пробу, заполняют его вновь анализируемой водой и проводят экстракцию.

Всего экстрагируют четыре параллельные пробы анализируемой воды.

Газовую экстракцию проводят в день отбора пробы. Сорбционные трубки с экстрагированными примесями до анализа сохраняют загущенными в эксикаторе. Трубки с пробами можно хранить не более недели.

3.4.5.3. Для проведения хроматографического анализа сорбционную трубку с экстрагированными примесями устанавливают в испарителе хроматографа, соединенном с колонкой № I (см. п. 2.5.4.4.). Включают секундомер и диаграммную ленту. Также анализируют вторую параллельную пробу. Анализ третьей и четвертой параллельных проб проводят на колонке № 2 (см. п. 2.5.4.4.).

3.4.6. Обработка результатов измерений - см. п. 3.2.6.

3.4.7. Оформление результатов измерений - см. п. 3.2.7.

ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора Информационный ресурс

4. КОНТРОЛЬ (МЕТ)АКРИЛОВЫХ СОЕДИНЕНИЙ В ПОЧВЕ

4.I. ОПРЕДЕЛЕНИЕ АКРИЛОВОЙ И МЕТАКРИЛОВОЙ КИСЛОТ

Методика предназначена для измерения массовых концентраций АК и МАК в пробах почвы в диапазоне 0,04 - 2,0 мг/кг.

Определению не мешают: эфиры (мет)акриловых кислот, пропионовая и уксусная кислоты, ароматические углеводороды.

4.I I. Погрешность измерения

Суммарная погрешность измерения АК не превышает 23%, МАК - 2I%.

4.I.2. Метод измерения

Определение АК и МАК в пробах почвы основано на газохроматографическом измерении концентраций кислот, извлеченных из пробы растворителями.

4.I.3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

4.I.3.I. Средства измерений

Хроматограф лабораторный газовый с пламенно-ионизационным детектором	
Весы аналитические ВЛА	ГОСТ 24I04 - 80 Е
Меры массы	ГОСТ 7328 - 82 Е
Секундомер, класс 3	ГОСТ 5072 - 79 Е
Линейка измерительная	ГОСТ 427 - 56
Лупа измерительная	ГОСТ 8309 - 75
Цилиндры мерные 2-I00-2	ГОСТ I770 - 74
Колбы мерные 2- 50 - 2	ГОСТ I770 - 74
2-200 - 2	
Пипетки 4 - I0 - 2	
4 - 50 - 2	
Микрошприц МШ-I0	ГОСТ 20292 - 80
	ГОСТ 8043 - 74

4.I.3.2. Вспомогательные устройства

Редуктор кислородный	ТУ 26-65-235-70
Редуктор водородный	ТУ 26-05-463-76
Колонка хроматографическая стеклянная 30 х 0,3 см	ТУ I550 - 33
Плитка электрическая	ГОСТ 306 - 58
	или ГОСТ 303 - 56
	ТУ 64-I-245I - 78
Аппарат для встряхивания	
Сосуд для муравьиной кислоты (см.рис.I.I.)	
Пробирки вместимостью 2 $см^3$	23932 - 79
Аппарат для перегонки	
Груша резиновая	ГОСТ 5496
Стакан химический	ГОСТ 25336 - 82
Колбы конические вместимостью I00 $см^3$	ГОСТ I770 - 74
Воронки В-25-50-ХС	ГОСТ 25336 - 82
Чашки выпарительные 4IBAI - 25	ГОСТ I0973 - 75
Сита	

4.I.3.3. М а т е р и а л ы

Стекловолокно	
Бумага фильтровальная	
Бумага индикаторная универсальная	ТУ 6-09-II8I - 76

4.I.3.4. Р е а к т и в ы

Акриловая кислота, ч перегнанная	ТУ 6-09-5886 - 69
Метакриловая кислота, перегнанная	ТУ 6-02-I768 - 64
Серная кислота, х.ч. раствор (I:I) по объёму	ГОСТ 4204 - 77
Муравьиная кислота, ч.д.а.	ГОСТ 5848 - 73
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709 - 72
Гидроксид натрия, х.ч. 40%-й раствор	ГОСТ 4328 - 66

ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора
Информационный ресурс

Ацетон, х.ч.	ТУ 6-09-I707 - 77
Этанол, ректификат	ГОСТ 5962 - 67
Хроматон N- AW - НМДС (0,20 - 0,25мм), или хроматон N- "Зареч", или хроматон N-Aw - ДМСС	
Жидкая фаза ПЭГА, ч.д.а	ТУ 6П - 65 - 67
Азот газообразный	ГОСТ 9293 - 74
Водород газообразный	ГОСТ 3022 - 77
Воздух от компрессора или сжатый в баллонах	ГОСТ II882 - 73

4.I.4. Подготовка к выполнению измерений

4.I.4.I. Подготовка газа-носителя - см. п.2.I.4.2.

4.I.4.2. Приготовление 40%-го раствора гидроксида натрия - см. п. 3.I.4.2.

4.I.4.3. Приготовление раствора серной кислоты (I:I)- см. п. 3.I.4.3.

4.I.4.4. Приготовление экстрагента

Готовят экстракционную смесь из ацетона, этанола и дистиллированной воды в объёмном соотношении соответственно I:I:3.

4.I.4.5. Приготовление контрольной почвы

Почву высушивают в тени на листах бумаги до воздушно-сухого состояния. Затем растирают в фарфоровой ступке и просеивают через сито с отверстиями I мм. Подготовленную почву хранят в стеклянных ёмкостях с закрывающимися герметично крышками.

4.I.4.6. Подготовка хроматографической колонки-см. п. 2.I.4.3.

4.I.4.7. Условия проведения хроматографического анализа-см. п. 2.I.4.5.

4.I.4.6, Установление градуировочной характеристики

Для определения градуировочной характеристики используют искусственные образцы контрольной почвы с растворами АК и МАК заданных концентраций.

В мерных колбах вместимостью 50 $см^3$ весовым методом готовят исходные растворы № I в ацетоне АК и МАК известной концентрации. Из растворов № I в колбе вместимостью 200 $см^3$ готовят раствор № 2 с концентрациями АК и МАК 2,0 $мг/дм^3$.

Из раствора № 2 в колбах вместимостью 200 $см^3$ готовят растворы кислот в ацетоне в соответствии с табл. 4.I.

Таблица 4.I.

Рабочие растворы и образцы почвы для установления градуировочной характеристики

Номер рабочего раствора и градуировочного образца почвы	I	2	3	4	5	6
Объём исходного раствора № 2, ($см^3$) (С =2 $мг/дм^3$)	4	I0	20	50	I00	-
Концентрация рабочего раствора, $мг/дм^3$, концентрация градуировочного образца почвы, мг/кг	0,04	0,I	0,2	0,5	I,0	2,0

Готовят по 4 серии рабочих растворов каждой концентрации. Растворы кислот в ацетоне устойчивы.

Для приготовления градуировочных образцов по 20 г контрольной почвы заливают 20 $см^3$ соответствующих рабочих растворов.

Измерения проводят по описанию в п. 4.I.5. Проводят по 5 параллельных измерений каждого образца в каждой серии. На хроматограммах измеряют площади пиков АК и МАК и результаты измерений заносят в табл. 4.2.

ФБУЗ ФЦГИЭ Роспотребнадзора
Информационный ресурс

Таблица 4.2.

Результаты определения градуировочной характеристики

Кислота	Концентрация образца C, мг/кг	Шкала электрометра, A	Площадь пика, S_i, $см^2$	Среднее значение площади пика, $\bar{S}$, $см^2$	Градуировочный коэффициент, $K = \frac{C}{\bar{S}}$, мг/кг · $см^2$

4.I.4.9. Подготовка аналитической пробы - см. п. I.5.3.2.

4.I.5. Выполнение измерений

При выполнении измерений концентрации АК и МАК в пробах почвы выполняют следующие операции.

4.I.5.I. Взвешивают по 20 г четыре порции аналитической пробы. Две порции оставляют для определения коэффициента влажности $К_{вл.}$ Оставшиеся две порции пробы помещают в конические колбы, приливают по 50 мл экстракционной смеси и устанавливают на 0,5 ч на аппарат для встряхивания. Пробы отстаивают в течение 0,5 ч., затем отфильтровывают. Фильтрат подщелачивают 40%-м раствором гидроксида натрия, контролируя среду с помощью универсальной индикаторной бумаги, затем упаривают досуха. Сухой остаток смывают 0,5 $см^3$ дистиллированной воды и подкисляют раствором серной кислоты (I:I) до РН 2-4. Хроматографируют 5 мкл пробы. Проводят не менее 2-х параллельных измерений.

4.I.5.2. Измеряют влажность аналитической пробы. Две навески почвы помещают в химические стаканы и доводят до постоянной массы при температуре нагрева I05 $\pm$ 2°C в течение 8 ч.

4.I.6. Обработка результатов измерений

Обработку результатов измерений концентраций АК и МАК в пробах почвы выполняют следующим способом.

На хроматограмме идентифицируют пики кислот, измеряют их площадь и усредняют значения площади двух параллельных измерений из двух проб.

Рассчитывают концентрацию кислот по формуле:

$$C = K \cdot \bar{S}_{I-4} \cdot K_{вл.} \quad (мг/кг)$$

где K - градуировочный коэффициент для шкалы электрометра, на которой измерен пик, мг/кг · $см^2$;

$\bar{S}_{I-4}$ - усреднённое значение площади пика, $см^2$ (n=4);

$К_{вл.}$ - коэффициент влажности

$$К_{вл.} = I00 / (I00 - w)$$

где w - влажность почвы, %

$$w = (М_I - М_0)\ I00\ /\ (М_0 - м)$$

где $М_I$ - масса влажной почвы со стаканом, г;

$М_0$ - масса высушенной почвы со стаканом, г ;

м - масса стакана, г.

4.I.7. Оформление результатов измерений

Результаты измерений оформляют записью в журнале по форме, приведённой в табл. 4.3.

Таблица 4.3.

Результаты измерений

Кислота	Дата	Проба	Шкала электрометра A	Градуировочный коэффициент, K, мг/кг · $см^2$	Площадь пика, S_{i2}, $см^2$	Среднее значение площади пика, $\bar{S}$, $см^2$	Концентрация, C, мг/кг

ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора
Информационный ресурс

4.2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТИЛАКРИЛАТА И МЕТИЛМЕТАКРИЛАТА

Методика предназначена для измерения массовых концентраций МА и ММА в пробах почвы в диапазоне 0,002 - 0,I мг/кг.

Определению не мешают спирты C_I - C_4, акрилонитрил, ацетонитрил, этилацетат, ацетан, хлороформ, бензол, стирол, БА, БМА.

4.2.I. Погрешность измерения

Суммарная погрешность измерения МА не превышает 24%, ММА-2I%.

4.2.2. Метод измерения

. Определение МА и ММА в пробах почвы основано на измерении концентраций веществ, извлеченных газовой экстракцией из разбавленной водой почвы и уловленных на твердый сорбент.

4.2.3. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

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

4.2.3.I. Средства измерений

Хроматограф лабораторный газовый серии "Цвет-I00" с пламенно-ионизационным детектором		
Весы аналитические ВЛА		ГОСТ 24I04 - 80 Е
Меры массы		ГОСТ 7328 - 82 Е
Секундомер, класс 3		ГОСТ 5072 - 79 Е
Линейка измерительная		ГОСТ 427 - 56
Колбы мерные	2-50 - 2	
	2-200- 2	ГОСТ I770 - 74 Е
Пипетки	4 - I - 2	
	4 - 5 - 2	
	4 -25 - 2	ГОСТ 20292 - 74 Е

4.2.3.2. Вспомогательные устройства

Редуктор кислородный	ТУ 26-65-235-70
Редуктор водородный	ТУ 26-05-463-76
Реометр стеклянный лабораторный типа РДС	ГОСТ 9932 - 6I

Колонки хроматографические металлические 300 х 0,3 см	ГОСТ 22056 - 76
Втулка для фиксации сорбционных трубок (рис. I.2.)	
Сорбционные трубки (рис. I.2.).	
Барботёры вместимостью I25 $см^3$.	
Сита с величиной отверстия I мм	
Груша резиновая	ГОСТ 5496
Стакан химический вместимостью I00 $см^3$	ГОСТ 25336 - 82
Чашка выпарительная вместимостью I00 $см^3$	ГОСТ 9I47 - 80
Эксикатор	ГОСТ 637I - 73
Пенный расходомер	
Ступка фарфоровая	

4.2.3.3. Материалы - см. п. 4.I.3.3.

4.2.3.4. Реактивы

Метилакрилат, ч перегнанный	ТУ 8П - I45 - 68
Метилметакрилат, хром. чистый	ТУ ИРЕА 29 - 66
Твёрдый носитель хроматон N-AW - HMDS (0,20 - 0,25 мм), или хроматон N- "Super" или хроматон N AW - DMCS	
Твёрдый носитель силохром С-80 (0,25-0,50мм)	ТУ 6-09-I7-40-74
Жидкая фаза ДДФ, ч	МРТУ 6-09-958 - 63

ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора
Информационный ресурс

Жидкая фаза ПМС-100, г	МРТУ 6 №еУ
Жидкая фаза ПФМС-4, ч	ГОСТ 15866 - 70
Диэтиловый эфир, х.ч.	ГОСТ 6265 - 52
Вода дистиллированная	ГОСТ 6704 - 72
Азот газообразный	ГОСТ 9293 - 74
Водород газообразный	ГОСТ 3022 - 77
Воздух от компрессора или сжатый в баллонах	ГОСТ 11882 - 73

4.2.4. Подготовка к выполнению измерений

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы.

4.2.4.1. Подготовка испарителя хроматографа - см. п. 2.1.4.1.

4.2.4.2. Подготовка хроматографических колонок - см. п. 2.3.4.2.

4.2.4.3. Подготовка сорбционных трубок -см. п. 2.3.4.3.

4.2.4.4. Подготовка установки для газовой экстракции

К источнику газа-экстрагента с помощью шланга подсоединяют откалиброванный реометр. Схема установки для газовой экстракции приведена на рис. 1.4.

4.2.4.5. Подготовка контрольной почвы -см. п. 4.1.4.5.

4.2.4.6. Условия проведения хроматографического анализа - см. п. 2.3.4.4.

4.2.4.7. Определение градуировочной характеристики

Для определения градуировочной характеристики МА и ММА готовят градуировочные образцы почвы с заданными концентрациями. Для этого в мерных колбах вместимостью 50 $см^3$ готовят исходные растворы МА и ММА известной концентрации в дистиллированной воде - растворы № 1. Из исходных растворов № 1 в мерной колбе вместимостью 200 $см^3$ готовят исходный раствор № 2 с концентрациями МА и ММА 1 $мг/дм^3$. Из этого раствора последовательным разбавлением в колбах вместимостью 200 $см^3$ готовят рабочие растворы в соответствии с табл. 4.4.

Таблица 4.4.

Рабочие растворы и образцы почвы для установления градуировочной характеристики

Номер рабочего раствора и образца почвы	1	2	3	4	5	6
Объём исходного раствора № 2 /С= = 1 мг/$дм^3$, $см^3$	0,4	1,0	2,0	4,0	10,0	20,0
Концентрация рабочего раствора, мг/$дм^3$ и концентрация градуировочного образца почвы, мг/кг	0,002	0,005	0,01	0,02	0,05	0,10

Для приготовления градуировочных образцов почвы по 30 г контрольной почвы заливают 30 $см^3$ соответствующих растворов. Готовят по 4 серии рабочих растворов и градуировочных образцов почвы. Как рабочие растворы, так и градуировочные образцы почвы готовят непосредственно перед проведением измерений. Измерения проводят как описано далее в п. 4.2.5. Проводят по 5 параллельных измерений каждой серии градуировочных образцов. На хроматограммах измеряют высоты пиков МА и ММА и результаты измерений заносят в табл. 4.5.

Таблица 4.5.

Результаты определения градуировочной характеристики

Вещество	Концентрация, С, мг/кг	Шкала электрометра, А	Высота пика, h_i, см	Среднее значение высоты пика, $\bar{h}$, см	Градуировочный коэффициент, $K=C/\bar{h}$, мг/кг · см

ФБУЗ ФЦГИЭ Роспотребнадзора
Информационный ресурс

4.2.5. Выполнение измерений

При выполнении измерений концентраций МА и ММА в пробах почвы проводят следующие операции:

4.2.5.I. Взвешивают по 30 г шесть порций аналитической пробы почвы. Две порции пробы оставляют для определения коэффициента влажности $K_{вл.}$ Из оставшихся четырех порций пробы проводят поочередно газовую экстракцию следующим образом. В барботёр помещают 30 г пробы, заливают её 30 $см^3$ дистиллированной воды, смесь встряхивают для перемешивания почвы с водой. К входному концу барботера подсоединяют источник газа-экстрагента, к выходному - сорбционную трубку. Включают поток газа-экстрагента, доводят его до отметки реометра I00 $см^3$/мин. Включают секундомер и проводят газовую экстракцию в течение I0 мин. По истечении времени экстракции выключают поток газа-экстрагента и отсоединяют сорбционную трубку. Из барботера извлекают проанализированную пробу, ополаскивают его дистиллированной водой и проводят газовую экстракцию остальных трех параллелбных порций пробы.

Газовую экстракцию проводят в день отбора пробы. Сорбционные трубки с экстрагированными примесями до анализа сохраняют заглушенными в эксикаторе. Трубки с пробами не следует хранить более трёх суток.

4.2.5.2. Устанавливают рабочий режим прибора

Проверяют чистоту сорбционных трубок, помещая их поочерёдно в испаритель хроматографа и записывая нулевую линию на шкале электрометра $2 \cdot 10^{-12}$ А.

Проводят хроматографический анализ . Сорбционную трубку с экстрагированными примесями помещают в испаритель хроматографа, соединенный с колонкой № I (см. п. 2.3.4.4.). Включают секундомер и диаграммную ленту. Также анализируют вторую трубку с параллельной пробой. Анализ 3-ей и 4-ой параллельных проб проводят на колонке № 2 (см. п. 2.3.4.4.).

4.2.5.3. Измеряют влажность аналитической пробы -см.п.4,I.5.2.

4.2.6. Обработка результатов измерений

Обработку результатов измерений концентраций МА и ММА в пробах почвы выполняют следующим способом.

На хроматограммах, полученных при хроматографировании параллельных проб на различных колонках, идентифицируют пики МА и ММА и для обработки выбирают ту из хроматограмм, где наблюдается наибольшее деление определяемых веществ от сопутствующих примесей. Измеряют высоты пиков на хроматограмме двух параллельных измерений и усредняют их значение.

Рассчитывают концентрации веществ по формуле:

$$C = K \cdot \bar{h}_{I,2} \cdot K_{вл.} \quad (мг/кг)$$

где К - градуировочный коэффициент для шкалы электрометра, на которой зафиксирован пик, мг/кг · см,

$\bar{h}_{I,2}$ - усреднённое значение величины пика, см ($n=2$),

$K_{вл.}$ - коэффициент влажности (см. п. 4.I.6)

4.2.7. Оформление результатов измерений

Результаты измерений оформляют записью в журнале по форме, приведённой в табл. 4.6.

Таблица 4.6.

Вещество	Дата	Проба	Шкала электрометра А	Градуировочный коэффициент К, мг/кг · см	Высота пика, см h_i	Среднее значение высоты пика, см $\bar{h}$	Концентрация, С, мг/кг

ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора
Информационный ресурс

4.3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ БУТИЛАКРИЛАТА И БУТИЛМЕТАКРИЛАТА

Методика предназначена для измерения массовых концентраций БА и БМА в пробах почвы в диапазоне 0,002 - 0,I мг/кг.

Определению не мешают: спирты C_I- C_4, МА, ММА, ароматические углеводороды, бензол, фенол, стирол, АК, МАК.

4.3.I. Погрешность измерения

Суммарная погрешность измерения БА не превышает 24%, БМА - I8%.

4.3.2. Метод измерения - см. п. 4.I.2.

4.3.3. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

При выполнении измерений применяются следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

4.3.3.I. Средства измерений - см. п. 4.I.3.I.

4.3.3.2, Вспомогательные устройства- см. п. 4.I.3.2.

4.3.3.3. Материалы - см. 4.I.3.3.

4.3.3.4. Р е а к т и в ы

Бутилакрилат, ч перегнанный	ТУ 6П - 232 - 69
Бутилметакрилат, ч пепрегнанный	МРТУ 6-09-294I - 66
Твёрдый носитель хроматон N-AW-HMDS (0,20 - 0,25 мм) или хроматон N- "Super" или хроматон N AW - ДМСS	
Твёрдый носитель Силохром С-80 (0,25-0,50мм)	ТУ 6-09-I7-48-74
Жидкая фаза ПМС-I00, ч	МРТУ 6 NeУ
Жидкая фаза ПФМС-4, ч	ГОСТ I5866 - 70
Жидкая фаза ПЭГА, ч.д.а.	ГОСТ 6П - 65 - 67
Хлороформ, х.ч.	ГОСТ 3I60 - 5I

Диэтиловый эфир, х.ч.	ГОСТ 6265 - 52
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709 - 72
Азот газообразный	ГОСТ 9293 - 74
Водород газообразный	ГОСТ 3022 - 77
Воздух от компрессора или сжатый в баллонах	ГОСТ II882 - 73

4.3.4. Подготовка к выполнению измерений

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы.

4.3.4.I. Подготовка испарителя хроматографа см. п. 2.I.4.I.

4.3.4.2. Подготовка хроматографических колонок см. п. 2.2.4.2.

4.3.4.3. Подготовка сорбционных трубок см. п. 2.I.4.3.

4.3.4.4. Подготовка установки для газовой экстракции см. п. 4.I.4.4.

4.3.4.5. Подготовка контрольной почвы см. п. 4.I.4.5.

4.3.4.6. Условия проведения хроматографического анализа см. п. 2.2.4.4.

4.3.4.7. Определение градуировочной характеристики

Для определения градуировочной характеристики БА и БМА готовят искусственные смеси контрольной почвы с растворами заданных концентраций МА и ММА в дистиллированной воде.

В мерных колбах вместимостью 50 $см^3$ готовят в дистиллированной воде исходные растворы БА и БМА № I с концентрациями около 50 $мг/дм^3$. Из исходных растворов № I в колбе вместимостью 200 $см^3$ готовят исходные растворы № 2 с концентрациями БА и БМА по I,0 $мг/дм^3$. Из этого раствора последовательным разбавлением в колбах вместимостью 200 $см^3$ готовят рабочие растворы в соответствии с табл. 4.4.

ФБУЗ ФЦГИЭ Роспотребнадзора
Информационный ресурс

Готовят по 4 серии рабочих растворов каждой концентрации. Для приготовления градуировочных смесей заданных концентраций по 30 г контрольной почвы заливают 30 $см^3$ рабочих растворов. Концентрации градуировочных смесей (мг/кг) соответствуют концентрациям рабочих растворов (мг/$дм^3$) тех же номеров.

Готовят по 4 серии градуировочных смесей. Как рабочие растворы, так и градуировочные смеси контрольной почвы с рабочими растворами готовят непосредственно перед проведением измерений. Измерения проводят как далее описано в п. 4.3.5.Проводят по 5 параллельных измерений каждой серии каждой градуировочной смеси. На хроматограммах измеряют высоты пиков БА и БМА и результаты измерений заносят в табл. 4.5.

4.3.5. Выполнение измерений

При выполнении измерений концентраций БА и БМА в пробах почвы проводят следующие операции:

4.3.5.I. Взвешивают по 30 г шесть порций анализируемой пробы почвы . Две порции пробы оставляют для определения коэффициента влажности Квл. Из оставшихся четырех порций пробы проводят поочерёдно газовую экстракцию следующим способом. В барботёр помещают 30 г пробы, заливают её 30 $см^3$ дистиллированной воды, смесь встряхивают для перемешивания почвы с водой. К входному концу барботера подсоединяют источник газа-экстрагента, к выходному - сорбционную трубку. Включают поток газа-экстрагента и доводят его до отметки реометра 200 $см^3$/мин. Включают секундомер и проводят газовую экстракцию в течении I5 мин. По истечении времени экстракции выключают поток газа-экстрагента и отсоединяют сорбционную трубку. Из барботёра извлекают проанализированную пробу, ополаскивают его дистиллированной водой и проводят газовую экстракцию остальных трех параллельных порций пробы.

Газовую экстракцию проводят в день отбора пробы. Сорбционные трубки с экстрагированными примесями до анализа сохраняют заглушенными в эксикаторе. Трубки с пробами можно хранить не более недели.

4.3.5.2. Прибор выводят на рабочий режим - см. п.2.4.4.4.

Проверяют чистоту сорбционных трубок. Проводят хроматографический анализ. Сорбционную трубку с экстрагированными примесями помещают в испаритель хроматографа, соединенный с колонкой № I (см. п.2.4.4.4.). Включают секундомер и диаграммную ленту. Также анализируют вторую трубку с параллельной пробой. Анализ 3-ей и 4-ой параллельных проб проводят на колонке № 2 (см. п. 2.4.4.4.).

4.3.5.3. Измеряют влажность аналитической пробы -см.п.4.I,5.2.

4.3.6. Обработка результатов измерений - см. п. 4.2.6.

4.3.7. Оформление результаов измерений - см. п. 4.2.7.

ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора
Информационный ресурс

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

I. Витенберг А.Г., Иоффе Б.В., Газовая экстракция в хроматографическом анализе// Л.: Химия.-I982.-28 с.

2. ГОСТ 8.207-76. Государственная система обеспечения единства измерения с многократными измерениями. Методы обработки результатов наблюдений. Основные положения.

3. ГОСТ I7.I.5.04.8I. Охрана природы. Гидросфера. Приборы и устройства для отбора, первичной обработки и хранения проб природных вод.

4. ГОСТ 276I-84. Источники централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения. Гигиенические, технические требования и правила отбора.

5. ГОСТ I7.2.4.02-8I (СТ 2598-80). Охрана природы. Атмосфера. Общие требования к методам определения загрязняющих веществ в атмосфере.

6. ГОСТ I7.4.4.02.84. Охрана природы. Почвы. Методы отбора и подготовки проб для химического, бактериологического и гельминтологического анализа.

7. ГОСТ I7.2.0I.-86. Охрана природы. Атмосфера. Правила контроля качества воздуха населенных пунктов.

8. ГОСТ I7.2.6.0I.-86 Охрана природы. Атмосфера. Приборы для отбора проб воздуха населенных пунктов. Общие технические требования.

9. ГОСТ 8.0I0-90. Государственная система обеспечения единства измерений. Требования к построению, содержанию и изложению документации, регламентирующей методики выполнения измерений содержания компонентов проб веществ и материалов.

I0. Дмитриев М.Т., Казнина Н.И., Пинигина И.А. Санитарно-химический анализ загрязняющих веществ в окружающей среде. Справочник. М.: Химия. I989. 367 с.

II. Казнина Н.И., Зиновьева Н.П. Использование калибровочных паро-газовых смесей в анализе микропримесей// Физико-химические методы в гигиенических исследованиях. Сб. науч. трудов. М.: I983.С. I4-I6

I2. Ломонова Г.В. Ммтериалы к токсикологии эфиров кислот акриловой и метакриловой с одно- и двухатомными спиртами алифатического ряда //Гигиена, промышленная таксикология и профпатология в производствах полиакрилатов и сырья для них. М, I984. - с. 44-47.

I3. Муравьева С.И., Казнина Н.И., Прохорова Е.К. Справочник по контролю вредных веществ в воздухе. М.: Химия.-I988.-3I9 с.

I4. РД 52.24.66-86. Руководящий документ. Методические указания. Система контроля точности результатов измерений показателей загрязненности контролируемой среды. Л.: Гидрометеоизуант. I986.-29 с.

I5. РД 52.04.I86-89. Руководство по контролю загрязнения атмосферы. М.: Госком СССР по гидрометеорологии, Минздрав СССР. I99I. 693 с

I6. Справочник по физико-химическим методам исследования объектов окружающей среды. Л.: Судостроение. I979.-646 с.

I7. Тихомиров Ю.П., Чеботарев П.А., Грузинский В.Ю., Пискарев Ю.Г. Гигиеническая оценка производств акрилатов как источников загрязнения атмосферного воздуха и регламентирование вредных веществ, содержащихся в их выбросах// Гигиена труда и охрана окружающей среды в химической промышленности. Сб. науч. трудов. I987.-М.-С. 62-65.

I8. Хроматографический анализ окружающей среды. М.: Химия. 605 с.

I9. Экштат В.Я., Степаненко В.Е., Помазова Е.Н. Диффузионный метод получения малых концентраций летучих веществ в гигиенических исследованиях// Гигиена и санитария. I976.-№ 9.-С. 55-58.

ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора Информационный ресурс