

**МУК 4.1.1478-03 Определение фенола в атмосферном воздухе и
воздушной среде жилых и общественных зданий методом
высокоэффективной жидкостной хроматографии**

НИФСиТР ЦСМ при МЭ КР

**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**

4.1. Методы контроля. Химические факторы

Методические указания МУК 4.1.1478-03

**Определение фенола в атмосферном воздухе и воздушной среде жилых и
общественных зданий методом высокотехнологичной жидкостной
хроматографии**

Дата введения: 30 июня 2003 г.
Введены впервые

1. Область применения
 2. Физико-химические свойства, токсикологическая характеристика и гигиенические нормативы
 3. Погрешность измерений
 4. Метод измерений
 5. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы
 6. Требования безопасности
 7. Требования к квалификации оператора
 8. Условия измерений
 9. Подготовка к выполнению измерений
 10. Выполнение измерений
 11. Вычисление результатов измерений
 12. Контроль погрешности измерений
- Список литературы

1. Область применения

Методика по ВЭЖХ определению концентрации фенола в воздухе разработана с целью обеспечения аналитического контроля фенола в атмосферном воздухе и

воздушной среде помещений жилых и общественных зданий и оценки соответствия уровня его содержания гигиеническим нормативам.

Диапазон измеряемых концентраций фенола в воздухе 0,0015 - 0,02 мг/м³.

Нижний предел обнаружения фенола в воздухе - 0,0005 мг/м³.

2. Физико-химические свойства, токсикологическая характеристика и гигиенические нормативы

C6H5O

М. м. 94,11

Фенол - бесцветное кристаллическое вещество со специфическим запахом, Т_{пл.} - 43°C, Т_{исп.} - 182°C. В 100 г воды при 15°C растворяется 8,2 г фенола. Хорошо растворяется в спирте, хлороформе, диэтиловом эфире, маслах и других органических растворителях.

Фенол является нервным ядом, обладает сильным раздражающим и прижигающим действием. Предельно допустимая максимально разовая концентрация - 0,01 мг/м³, среднесуточная - 0,003 мг/м³. Относится ко 2 классу опасности.

3. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с суммарной относительной погрешностью ± 15,2% при доверительной вероятности 0,95.

4. Метод измерений

Измерение концентраций фенола в воздухе выполняют методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с флуоресцентным детектированием. Выделение и концентрирование фенола из воздуха осуществляют абсорбционным поглощением в щелочной раствор с последующим ВЭЖХ анализом аликвоты подкисленной пробы.

Нижний предел обнаружения фенола в объеме анализируемой пробы 0,00015 мкг.

Определению не мешают другие ароматические и фенолоподобные соединения.

5. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

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

5.1. Средства измерений

Хроматограф жидкостный HP-1050 с флуориметрическим детектором 1046A или любой другой жидкостный хроматограф с флуориметрическим или иным детектором, обеспечивающим нижний предел обнаружения фенола в объеме вводимой пробы 0,00015 мкг Автосэмплер или ручной дозатор пробы для жидкостного хроматографа с дозирующей петлей 20 мм^3	
Автоматический пробоотборник воздуха модель ОП 824 или любой другой с основной приведенной погрешностью задания расхода не более $\pm 5\%$	ИРМБ.418311.002 РЭ
Термометр- психрометр электронный цифровой ЭЦТП или любой другой с диапазоном измерения температур 0 - 50°C и абсолютной погрешностью измерения не более 0,2°C	
Барометр-анероид М-67, предел допускаемой погрешности $\pm 0,8$ мм рт.ст.	ТУ 2504-1797-75
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104-01
Меры массы	ГОСТ 7328-01
Колбы мерные, вместимостью 25- 100-500-1 000 см^3	ГОСТ 1770-74
Пипетки, вместимостью 0,1; 0,2; 1-2- 5-10 см^3	ГОСТ 29227-91
	ГОСТ 25336-82

5.2. Вспомогательные устройства

Колонка аналитическая - Сферисорб ОДС-2, 250 ' 4 мм, зернения 5 мкм или любая другая, заполненная модифицированным C18 силикагелем зернением 5 - 7 мкм	
Микрошприц для ввода пробы в жидкостный хроматограф, вместимостью 50 - 100 мм^3 типа "Hamilton 80600"	
Шприц медицинский, одноразовый любого типа, вместимостью 1 см^3 с	

тонкой иглой	
Поглотительный сосуд Рихтера, вместимостью 20 см ³	ТУ 25.11.1136-75
Пробирки конические градуированные, вместимостью 10 см ³	ГОСТ 1770-74
Стакан химический, вместимостью 100 см ³	ГОСТ 1770-74
Воронка химическая	ГОСТ 1770-74

5.3. Реактивы

Вода дистиллированная по	ГОСТ 6709-72
Ацетонитрил для ВЭЖХ UV 210 ОСЧ	ТУ 6-09-14-2167-84
Стандартный образец состава раствора фенола	ГСО 7346-96
Кислота уксусная ледяная, х. ч.	ГОСТ 61-75
Натрий углекислый, х. ч.	ГОСТ 83-79
Универсальная индикаторная бумага pH 0-12 Лахема, Брюно	

6. Требования безопасности

- При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работы с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.005-88.
- При выполнении измерений с использованием жидкостного хроматографа и электроаспиратора соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019-79 и инструкциями по эксплуатации прибора.

7. Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений допускаются лица с квалификацией не ниже инженера-химика или врача-лаборанта, имеющего химическое образование и опыт работы на жидкостном хроматографе.

8. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- процессы приготовления и подготовки проб к анализу проводят при нормальных условиях согласно ГОСТ 15150-69 при температуре воздуха 20 ± 5°C, атмосферном давлении 630 - 800 мм рт.ст. и влажности воздуха не более 80%;