

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Определение концентраций загрязняющих
веществ в атмосферном воздухе**

**Сборник методических указаний
МУК 4.1.591–96–4.1.645–96,
4.1.662–97, 4.1.666–97**

Издание официальное

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение концентраций загрязняющих веществ в атмосферном воздухе

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

ББК 51.21я8

М54

М54 Определение концентраций загрязняющих веществ в атмосферном воздухе: Сборник методических указаний.—М.: Информационно-издательский центр Минздрава России, 1997.—454 с.

ISBN 5—7508—0102—0

1. Подготовлены творческим коллективом специалистов в составе: Мальшева А. Г. (руководитель), Зиновьева Н. П., Суворова Ю. Б., Растяйников Е. Г., Топорова И. Н., Евстигнеева М. А., Жаворонкова Н. А. (НИИ экологии человека и гигиены окружающей среды им. А. Н. Сысина РАМН), при участии Кучеренко А. И. (Госкомсанэпиднадзор России).

2. Утверждены и введены в действие Первым заместителем Председателя Госкомсанэпиднадзора России - заместителем Главного государственного врача Российской Федерации Семеновым С. В. 31 октября 1996 года.

3. Введены впервые.

ББК 51.21я8

ISBN 5—7508—0102—0

©Информационно-издательский
центр Минздрава России

Содержание

Область применения	6
Методические указания по газохроматографическому определению адмантана в атмосферном воздухе. МУК 4.1.591—96	8
Методические указания по газохроматографическому определению 2-аллилоксиэтилового спирта в атмосферном воздухе. МУК 4.1.592—96	14
Методические указания по определению аминифенилуксусной кислоты в атмосферном воздухе потенциометрическим титрованием. МУК 4.1.593—96	22
Методические указания по высокоэффективному жидкостному хроматографическому определению D(-)- α -аминофенилуксусной кислоты. МУК 4.1.594—96	29
Методические указания по определению 2-аминоэтилсерной кислоты в атмосферном воздухе методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.595—96	35
Методические указания по фотометрическому определению солей аммония серноокислого и аммония надсерноокислого в атмосферном воздухе по иону аммония. МУК 4.1.596—96	41
Методические указания по газохроматографическому определению анилина, N-метиланилина, N,N-диметиланилина, O-толуидина, N-этиланилина, N,N-диэтиланилина, N-этил-O-толуидина, N,N-диэтил-M-толуидина в атмосферном воздухе. МУК 4.1.597—96	47
Методические указания по газохроматографическому определению ароматических, серосодержащих, галогеносодержащих веществ, метанола, ацетона и ацетонитрила в атмосферном воздухе. МУК 4.1.598—96	58
Методические указания по газохроматографическому определению ацетальдегида в атмосферном воздухе. МУК 4.1.599—96	72
Методические указания по газохроматографическому определению ацетона, метанола и изопропанола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.600—96	79
Методические указания по газохроматографическому определению ацетоуксусного эфира в атмосферном воздухе. МУК 4.1.601—96	87
Методические указания по газохроматографическому определению бензола П (2-/2'-гидрокси-5'-метилфенил/бензтриазол) в атмосферном воздухе. МУК 4.1.602—96	94
Методические указания по газохроматографическому определению бензилацетата в атмосферном воздухе. МУК 4.1.603—96	100
Методические указания по газохроматографическому определению бензилбензоата в атмосферном воздухе. МУК 4.1.604—96	106
Методические указания по фотометрическому определению п-бензохинона в атмосферном воздухе. МУК 4.1.605—96	112
Методические указания по газохроматографическому определению 1-бромнафталина в атмосферном воздухе. МУК 4.1.606—96	117
Методические указания по определению винилхлорида в атмосферном воздухе методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.607—96	123

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

Методические указания по определению гидрохинона в атмосферном воздухе методом тонкослойной хроматографии. МУК 4.1.608—96	143
Методические указания по газохроматографическому определению дивинилбензола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.609—96	149
Методические указания по газохроматографическому определению диметилизофталата в атмосферном воздухе. МУК 4.1.610—96	155
Методические указания по газохроматографическому определению диметилфталата в атмосферном воздухе. МУК 4.1.611—96	161
Методические указания по газохроматографическому определению диэтилбензола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.612—96	168
Методические указания по газохроматографическому определению диэтиленгликоля в атмосферном воздухе. МУК 4.1.613—96	174
Методические указания по определению диэтилфталата в атмосферном воздухе методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.614—96	181
Методические указания по пламенно-фотометрическому определению калия хлорида в атмосферном воздухе. МУК 4.1.615—96	187
Методические указания по газохроматографическому определению одноосновных карбоновых кислот в атмосферном воздухе. МУК 4.1.616—96	192
Методические указания по газохроматографическому определению ксиленолов, крезолов и фенола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.617—96	201
Методические указания по хромато-масс-спектрометрическому определению летучих органических веществ в атмосферном воздухе. МУК 4.1.618—96	217
Методические указания по газохроматографическому определению меркаптанов (метил-, этил-, пропил-, бутил-меркаптанов) в атмосферном воздухе. МУК 4.1.619—96	229
Методические указания по газохроматографическому определению метилакрилата в атмосферном воздухе. МУК 4.1.620—96	238
Методические указания по газохроматографическому определению метилалля в атмосферном воздухе. МУК 4.1.621—96	244
Методические указания по газохроматографическому определению метиламина в атмосферном воздухе. МУК 4.1.622—96	250
Методические указания по газохроматографическому определению метил- и этилмеркаптанов в атмосферном воздухе. МУК 4.1.623—96	258
Методические указания по газохроматографическому определению метилового и этилового спиртов в атмосферном воздухе. МУК 4.1.624—96	267
Методические указания по газохроматографическому определению метилового эфира дихлоруксусной кислоты в атмосферном воздухе. МУК 4.1.625—96	275
Методические указания по газохроматографическому определению метилголуилата в атмосферном воздухе. МУК 4.1.626—96	282
Методические указания по газохроматографическому определению метилформиата в атмосферном воздухе. МУК 4.1.627—96	290

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

Методические указания по фотоколориметрическому определению 2-нафта в атмосферном воздухе. МУК 4.1.628—96	297
Методические указания по фотоколориметрическому определению нитрилов (C10—C16) в атмосферном воздухе. МУК 4.1.629—96	303
Методические указания по определению о-нитроанилина в атмосферном воздухе методом тонкослойной хроматографии. МУК 4.1.630—96	309
Методические указания по высокоэффективному жидкостному хроматографическому определению нитробензола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.631—96	316
Методические указания по газохроматографическому определению пропилбензола, этилтолуолов, псевдокумола и нафталина в атмосферном воздухе. МУК 4.1.632—96	321
Методические указания по газохроматографическому определению псевдокумола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.633—96	330
Методические указания по определению ремантадина в атмосферном воздухе методом тонкослойной хроматографии. МУК 4.1.634—96	339
Методические указания по газохроматографическому определению терефталевой кислоты в атмосферном воздухе. МУК 4.1.635—96	346
Методические указания по определению тиомочевины в атмосферном воздухе методом тонкослойной хроматографии. МУК 4.1.636—96	354
Методические указания по газохроматографическому определению толуола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.637—96	360
Методические указания по газохроматографическому определению уксусной кислоты в атмосферном воздухе. МУК 4.1.638—96	366
Методические указания по фотоколориметрическому определению фурфурола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.639—96	372
Методические указания по газохроматографическому определению фурфурола и метилфурфурола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.640—96	378
Методические указания по определению хлорамина ХБ в атмосферном воздухе методом тонкослойной хроматографии. МУК 4.1.641—96	385
Методические указания по газохроматографическому определению хлорангидрида β -ацетилмеркаптопропионовой кислоты в атмосферном воздухе. МУК 4.1.642—96	392
Методические указания по ионохроматографическому определению хлора, брома, хлороводорода и бромоводорода в атмосферном воздухе. МУК 4.1.643—96	399
Методические указания по газохроматографическому определению п-хлорфенола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.644—96	408
Методические указания по газохроматографическому определению хлористого аллила в атмосферном воздухе. МУК 4.1.645—96	415
Методические указания по определению массовой концентрации стирола в атмосферном воздухе методом газовой хроматографии. МУК 4.1.662—97	421
Методические указания по измерению концентрации волокон асбеста в атмосферном воздухе населенных мест. МУК 4.1.666—97	432

УТВЕРЖДАЮ

Первый заместитель Председателя
Госкомсанэпиднадзора России – за-
меститель Главного государственного
санитарного врача Российской
Федерации

С. В. Семенов

31 октября 1996 г.

Дата введения – с момента утвер-
ждения

Определение концентраций загрязняющих веществ в атмосферном воздухе

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

Область применения

Методические указания по определению концентраций загрязняющих веществ в атмосферном воздухе предназначены для использования в системе госсанэпиднадзора России, при проведении аналитического контроля ведомственными лабораториями предприятий, а также научно-исследовательских институтов, работающих в области гигиены окружающей среды. Методические указания разработаны с целью обеспечения контроля соответствия уровня содержания загрязняющих веществ их гигиеническим нормам – предельно допустимым концентрациям (ПДК) и ориентировочно безопасным уровням

Издание официальное

Настоящие методические указания не могут быть полностью или частично воспроизведены, тиражированы и распространены без разрешения Департамента госсанэпиднадзора Минздрава России.

воздействия (ОБУВ) – и являются обязательными при осуществлении аналитического контроля атмосферного воздуха.

Включенные в сборник методические указания разработаны в соответствии с требованиями ГОСТов 8.010—90 «Методики выполнения измерений», 17.2.4.02—81 «Охрана природы. Атмосфера. Общие требования к методам определения загрязняющих веществ», 17.0.02—79 «Охрана природы. Метрологическое обеспечение контроля загрязненности атмосферы, поверхностных вод и почвы. Основные положения», Р1.5—92 (пункты 7.3). Все методики анализа метрологически аттестованы и обеспечивают определение веществ с нижним пределом обнаружения не выше 0,8 ПДК_{м.р.} и суммарной погрешностью, не превышающей 25 %, с отбором пробы воздуха в течение 20—30 мин при определении максимальной разовой концентрации или круглосуточном отборе пробы при определении среднесуточной концентрации.

В сборнике представлены методики контроля атмосферного воздуха за содержанием нормируемых соединений. Методики основаны на использовании физико-химических методов анализа – фотометрии, потенциометрии, тонкослойной хроматографии с различного вида детектированием, ионной хроматографии, газожидкостной, высокоэффективной жидкостной хроматографии, хромато-масс-спектрометрии. Приведено 55 методик по измерению концентраций 140 загрязняющих веществ на уровне и ниже их гигиенических нормативов в атмосферном воздухе населенных мест. Контролируемые вещества относятся к различным классам соединений: неорганическим веществам, ароматическим углеводородам, спиртам, органическим кислотам, эфирам, альдегидам, азотсодержащим углеводородам, фенолам, меркаптанам.

Методические указания одобрены и рекомендованы Комиссией по санитарно-гигиеническому нормированию «Лабораторно-инструментальное дело и метрологическое обеспечение» Госкомсанэпиднадзора России и бюро секции по физико-химическим методам исследования объектов окружающей среды Проблемной комиссии «Научные основы экологии человека и гигиены окружающей среды».

УТВЕРЖДЕНО

Первым заместителем Председателя
Госкомсанэпиднадзора России – за-
местителем Главного государствен-
ного санитарного врача Российской
Федерации

31 октября 1996 г.

МУК 4.1.617—96

Дата введения – с момента утвер-
ждения


4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Методические указания по
газохроматографическому определению
ксиленолов, крезолов и фенола
в атмосферном воздухе**

Настоящие методические указания устанавливают газохро-
матографическую методику количественного химического
анализа атмосферного воздуха для определения в нем содер-
жания ксиленолов, крезолов и фенола в диапазоне концентраций
0,004—0,1 мг/м³.

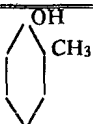
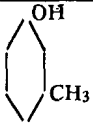

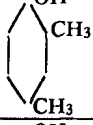
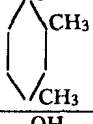
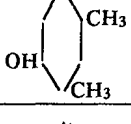
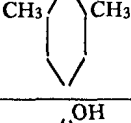
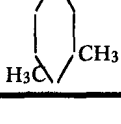
Эмпирические и структурные формулы фенола, крезолов,
ксиленолов представлены в табл. 1.

Таблица 1

Название (синонимы)	Эмпирическая формула	Структурная формула
Фенол (оксипензол; карболовая кислота)	C ₆ H ₆ O	

Издание официальное

Настоящие методические указания не могут быть полностью или частично воспроизведены, тиражированы и распространены без разрешения Департамента госсанэпиднадзора Минздрава России.

Название (синонимы)	Эмпирическая формула	Структурная формула
о-Крезол (2-метилфенол; орто-окситолуол)	C_7H_8O	
м-Крезол (3-метилфенол; мета-окситолуол)	C_7H_8O	
п-Крезол (4-метилфенол; пара-окситолуол)	C_7H_8O	
2,3-Ксиленол (2,3-диметилфенол; виц-о-ксиленол; 3-окси-о-ксилол)	$C_8H_{10}O$	
2,4-Ксиленол (2,4-диметилфенол; несимм-м-ксиленол; 4-окси-м-ксилол)	$C_8H_{10}O$	
2,5-Ксиленол (2,5-диметилфенол; п-ксиленол; окси-п-ксилол)	$C_8H_{10}O$	
2,6-Ксиленол (2,6-диметилфенол; виц-м-ксиленол; 2-окси-м-ксилол)	$C_8H_{10}O$	
3,4-Ксиленол (3,4-диметилфенол; несимм-о-ксиленол; 4-окси-о-ксилол)	$C_8H_{10}O$	

Продолжение таблицы 1

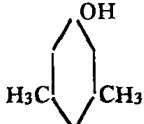
Название (синонимы)	Эмпирическая формула	Структурная формула
3,5-Ксиленол (3,5-диметилфенол; симм-м-ксиленол; 5-окси-м-ксилол)	$C_8H_{10}O$	

Таблица 2

Физические свойства фенола, крезолов, ксиленолов

Название	Молекулярная масса	Внешний вид	Температура (°C)	
			плавления	кипения
Фенол	94,12	бц. иглы	41,0	182,0
о-Крезол	108,14	бц. крист.	30,9	190,9
м-Крезол	108,14	бц. ж.	10,9	202,8
п-Крезол	108,14	бц. пр.	34,0	202,5
2,3-Ксиленол	122,17	бц. иглы	73,5	218,0
2,4-Ксиленол	122,17	бц. иглы	27,0	211,0
2,5-Ксиленол	122,17	бц. иглы	75,0	211,0 (возг.)
2,6-Ксиленол	122,17	бц. иглы	49,0	212,0
3,4-Ксиленол	122,17	бц. иглы	62,5	226,0
3,5-Ксиленол	122,17	бц. иглы	65,0	219,5 (возг.)

Примечание.

Сокращения в табл. 2: бц. – бесцветный, возг. – возгоняется, ж. – жидкость, крист. – кристаллы, пр. – призмы.

Растворимость фенола, крезолов, ксиленолов

Название	Растворимость, г в 100 см ³			
	вода	этанол	эфир	прочие органические растворители
Фенол	6,7 ¹⁶		л. р.	р. хлф., ацетоне, сероуглероде, глиц.
о-Крезол	3,1 ⁴⁰			р. хлф., бzl., ацетоне
м-Крезол	2,42 ²⁵			р. хлф., бzl., ацетоне
2,3-Ксиленол	р.	р.	р.	р. хлф., ацетоне
2,4-Ксиленол	т. р.			р. хлф., ацетоне
2,5-Ксиленол	р.	р.	л. р.	р. хлф., ацетоне
2,6-Ксиленол	р. гор.	р.	р.	р. хлф., ацетоне
3,4-Ксиленол	р.	р.		р. хлф., ацетоне
3,5-Ксиленол	т. р.	р.	р.	р. хлф., ацетоне

Примечания.

1. Индекс справа вверху означает температуру (°С), для которой приводится данное значение.

2. Условные обозначения и сокращения: р. — растворяется во всех соотношениях; бzl. — бензол; глиц. — глицерин; хлф. — хлороформ; гор. — горячий; л. р. — легко растворяется, т. р. — трудно растворяется.

Фенол, крезолы, ксиленолы обладают кожно-резорбтивным действием.

ПДК фенола в атмосферном воздухе населенных мест: максимальная разовая — 0,01 мг/м³, среднесуточная — 0,003 мг/м³. ПДК трикрезола (смесь изомеров крезолов) в атмосферном воздухе населенных мест: максимальная разовая и среднесуточная — 0,005 мг/м³. ПДК 2,6-ксиленола в атмосферном воздухе населенных мест: максимальная разовая — 0,02 мг/м³, среднесуточная — 0,01 мг/м³.

1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей ±24 %, при доверительной вероятности 0,95.

2. Метод измерений

Измерение концентрации ксиленолов, крезолов и фенола выполняют методом газожидкостной хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием. Концентрирование веществ из воздуха осуществляют в жидкую поглотительную среду.

Нижний предел измерения в объеме пробы – 5 мг.

Определению не мешают: гексан, гептан, бензол, толуол, ксилол, спирты, кислоты, эфиры, хлороформ.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

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

3.1. Средства измерений

Хроматограф газовый модели 3700 с пламенно-ионизационным детектором или иной с близкими техническими характеристиками	ТУ 25-0585.110-86
Аспирационное устройство, модель 822, либо иное, позволяющее производить отбор проб со скоростью 15 дм ³ /мин	ТУ 64-1-862-77,
Барометр мембранный метеорологический	ГОСТ 8.431-81
Весы лабораторные аналитические 2-го класса точности	ГОСТ 24104-80
Воронки делительные емкостью 25 см ³	ГОСТ 8613-75
Колбы мерные емкостью 100, 1000 см ³	ГОСТ 1770-74
Линейка измерительная с ценой деления 1 мм	ГОСТ 427-75
Лула измерительная	ГОСТ 8309-75
Меры массы	ГОСТ 7328-82Е
Микрошприц «Газохром 101»	ТУ 25.02-2152-76
Пипетки объемом 0,2; 1; 5; 10 см ³	ГОСТ 20292-74
Посуда лабораторная стеклянная	ГОСТ 1770-74Е и 20292-74Е
Секундомер СДС, пр-1-2-000	ГОСТ 5072-79
Термометр метеорологический ТМ-1	ГОСТ 112-78Е

3.2. Вспомогательные устройства

Хроматографическая колонка из стекла длиной 2 м и внутренним диаметром 3 мм

МУК 4.1.617—96

Аквадистиллятор	ТУ 61-1-721-79
Вакуумная установка УК40-20М, либо иная с близкими техническими характеристиками	ТУ 64-1-2985-78
Поглотительные приборы, разработанные ВНИИ биологического приборостроения (рис. 1)	
Редуктор балонный ДКП-1-65	ГОСТ 13861-80

3.3. Материалы

Азот в баллоне	ГОСТ 9293-74
Воздух в баллоне	ГОСТ 11882-73
Водород в баллоне	ГОСТ 3022-89
Стекловата обезжиренная	

3.4. Реактивы

Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-77
Гексан, ч.	ТУ 6-09-3375-78
Диметилхлорсилан, ч.	ТУ 6-09-3278-78
Метилен хлористый, х. ч.	ТУ 6-09-2662-77
о-Крезол, ч.	ТУ 6-09-2443-77
м-Крезол, ч.	ТУ 6-09-3772-76
п-Крезол, ч.	ТУ 6-09-2444-77
2,3-Ксиленол, ч.	ТУ 6-09-07-876-77
2,4-Ксиленол, ч.	ТУ 6-09-07-877-77
2,5-Ксиленол, ч.	ТУ 6-09-07-482-75
2,6-Ксиленол, ч.	ТУ 6-09-07-483-75
3,4-Ксиленол, ч.	ТУ 6-09-2473-72
3,5-Ксиленол, ч.	ТУ 6-09-2474-72
Натрий углекислый, х. ч.	ГОСТ 83-79
2-Нафтол, ч. д. а.	ГОСТ 5835-79
Уксусный ангидрид, ч. д. а.	ГОСТ 5815-77
Фенол, ч. д. а.	ГОСТ 6417-72
Насадка для заполнения колонки: 15 % SE-30 на хроматроне N-AW, 0,16—0,20 мм (готовая)	
Этанол	ГОСТ 18300-87
Фенол, крезолы, ксиленолы, 2-нафтол очищают перекристаллизацией из воды	
Гексан, этанол, диметилхлорсилан очищают перегонкой	

4. Требования безопасности

4.1. При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТу 12.1.005-88.

4.2. При выполнении измерений с использованием газового хроматографа соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТом 12.1.019-79 и инструкцией по эксплуатации прибора.

5. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений допускают лиц, имеющих квалификацию не ниже инженера-химика, имеющих опыт работы на газовом хроматографе.

6. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- при проведении процессов приготовления растворов и подготовке проб к анализу соблюдают следующие условия:

температура воздуха	20±10 °С
атмосферное давление	630—800 мм рт. ст.
влажность воздуха	не более 80 % при температуре 25 °С;
- выполнение измерений на газовом хроматографе проводят в условиях, рекомендуемых технической документацией к прибору.

7. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: подготовка посуды и хроматографической колонки, приготовление растворов, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

7.1 Подготовка посуды и хроматографической колонки

Обработка посуды раствором диметилхлорсилана. Поглотительные приборы, хроматографическую колонку, стекловату и всю используемую в работе посуду; за исключением мерной, тщательно моют и сушат. Ополаскивают обрабатываемые стеклянные поверхности последовательно 2 % раствором диметилхлорсилана, гексаном, 5 объемами водопроводной воды

и 4 объемами дистиллированной воды, затем сушат в сушильном шкафу.

Заполнение и кондиционирование хроматографической колонки. Один конец хроматографической колонки закрывают тампоном из стекловаты размером 3—4 мм и подсоединяют к вакуумной установке. К другому концу колонки присоединяют воронку и после включения вакуумной установки в колонку засыпают небольшими порциями насадку, добиваясь равномерного заполнения колонки и уплотнения насадки осторожным постукиванием или с помощью вибратора. Заполненную колонку устанавливают в хроматограф, не присоединяя к детектору. Второй конец колонки закрывают стекловатой. Кондиционирование проводят в токе газа-носителя (азота) со скоростью $20 \text{ см}^3/\text{мин}$ при комнатной температуре в течение 1 ч. Затем температуру термостата колонки повышают со скоростью $1 \text{ }^\circ\text{C}/\text{мин}$ до максимальной рабочей температуры, но при температурах 50, 80, 110, 150 $^\circ\text{C}$ выдерживают колонку в течение 30 мин. При температуре 190 $^\circ\text{C}$ колонку кондиционируют в течение 24 ч. Если по каким-либо причинам процесс прерывается, дальнейшее кондиционирование следует начинать с продувки колонки газом-носителем при комнатной температуре в течение 1 часа, затем повышать температуру термостата колонки со скоростью $1 \text{ }^\circ\text{C}/\text{мин}$ до уровня температуры, достигнутого ранее, и продолжить кондиционирование по описанной схеме.

После кондиционирования колонку охлаждают, подсоединяют детекторный конец к детектору, нагревая термостат колонки со скоростью $3 \text{ }^\circ\text{C}/\text{мин}$, выводят хроматограф на рабочий режим. В диапазоне измерения входного тока электромера $0 - 2 \times 10^{-10} \text{ А}$ регистрируют фоновый сигнал. Дрейф нулевой линии не должен превышать 5 % сигнала самописца за 1 ч. В противном случае отсоединяют детекторный конец колонки и продолжают кондиционирование колонки.

7.2. Приготовление растворов

Диметилхлорсилан. 2 % раствор в гексане готовят растворением $2,0 \text{ см}^3$ диметилхлорсилана в 100 см^3 гексана.

Раствор натрия углекислого с концентрацией $0,045 \text{ г}/\text{см}^3$ готовят растворением 45,0 г натрия углекислого в дистиллированной воде в мерной колбе объемом 1000 см^3 .

Исходный стандартный раствор фенола с концентрацией $0,5 \text{ мг/см}^3$ готовят растворением $50,0 \text{ мг}$ фенола в этаноле в мерной колбе объемом 100 см^3 .

Исходный стандартный раствор крезолов с концентрацией каждого изомера $0,5 \text{ мг/см}^3$ готовят растворением навесок по 50 мг орто-, мета- и пара-крезолов в этаноле в мерной колбе объемом 100 см^3 .

Исходный стандартный раствор 2,6-ксиленола с концентрацией $1,0 \text{ мг/см}^3$ готовят растворением 100 мг 2,6-ксиленола в этаноле в мерной колбе объемом 100 см^3 .

Исходный стандартный раствор ксилонолов, содержащий следующие изомеры: 2,3-, 2,4-, 2,5-, 3,4-, 3,5-ксилонолы, с концентрацией каждого изомера $0,2 \text{ мг/см}^3$ готовят растворением навесок по $20,0 \text{ мг}$ каждого вещества в этаноле в мерной колбе объемом 100 см^3 .

Исходный стандартный раствор 2-нафтола (внутренний стандарт) с концентрацией $0,8 \text{ мг/см}^3$ готовят растворением 80 мг 2-нафтола в этаноле в мерной колбе объемом 100 см^3 .

Рабочий стандартный раствор фенола с концентрацией $1,5 \times 10^{-2} \text{ мг/см}^3$ готовят разбавлением $3,0 \text{ см}^3$ исходного стандартного раствора фенола раствором натрия углекислого в мерной колбе объемом 100 см^3 .

Рабочий стандартный раствор крезолов с концентрацией каждого изомера $2,5 \times 10^{-3} \text{ мг/см}^3$ готовят разбавлением $0,5 \text{ см}^3$ исходного стандартного раствора крезолов раствором натрия углекислого в мерной колбе объемом 100 см^3 .

Рабочий стандартный раствор 2,6-ксиленола с концентрацией $3 \times 10^{-2} \text{ мг/см}^3$ готовят разбавлением 3 см^3 исходного стандартного раствора 2,6-ксиленола раствором натрия углекислого в мерной колбе объемом 100 см^3 .

Рабочий стандартный раствор изомеров ксилонола, содержащий следующие изомеры: 2,3-, 2,4-, 2,5-, 3,4-, 3,5-ксилонолы, с концентрацией каждого изомера $6 \times 10^{-3} \text{ мг/см}^3$ готовят разбавлением $3,0 \text{ см}^3$ исходного стандартного раствора ксилонолов раствором натрия углекислого в мерной колбе объемом 100 см^3 .

Рабочий стандартный раствор 2-нафтола с концентрацией $4 \times 10^{-2} \text{ мг/см}^3$ готовят разбавлением $5,0 \text{ см}^3$ исходного стандартного раствора 2-нафтола раствором натрия углекислого в мерной колбе объемом 100 см^3 .

Поглотительный раствор № 1 с концентрацией 2-нафтола $4 \times 10^{-4} \text{ мг/см}^3$ готовят разбавлением $1,0 \text{ см}^3$ рабочего стан-

дартного раствора 2-нафтола с концентрацией 4×10^{-2} мг/см³ раствором натрия углекислого в мерной колбе объемом 100 см³.

Поглотительный раствор № 2 с концентрацией 2-нафтола $1,6 \times 10^{-4}$ мг/см³ готовят разбавлением 4,0 см³ рабочего стандартного раствора 2-нафтола с концентрацией 4×10^{-2} мг/см³ раствором натрия углекислого в мерной колбе объемом 100 см³.

Стандартные и поглотительные растворы следует хранить в тщательно закрытой стеклянной посуде, предварительно обработанной диметилдихлорсиланом (см. п. 7.1), при температуре +4 °С. Максимальный срок хранения исходных стандартных растворов – 3 месяца, рабочих стандартных и поглотительных растворов – 5 суток.

7.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают с использованием калибровочных коэффициентов на градуировочных растворах.

Для приготовления градуировочных растворов фенола (градуировочные растворы №№ 1—6), крезолов (градуировочные растворы №№ 7—11), ксиленолов (градуировочные растворы №№ 12—22), в мерные колбы объемом 100 см³ помещают указанные в таблицах 4, 5, 6, 7 количества стандартных рабочих растворов фенола (табл. 4), крезолов (табл. 5), ксиленолов (табл. 6, 7), стандартного раствора 2-нафтола (внутренний стандарт) и доводят уровень раствора в колбе до метки раствором натрия углекислого.

Таблица 4

Градуировочные растворы фенола

Номер градуировочного раствора	1	2	3	4	5	6
Объем рабочего стандартного раствора фенола ($1,5 \times 10^{-2}$ мг/см ³), см ³	0,5	1,0	2,0	2,0	5,0	10,0
Объем рабочего стандартного раствора 2-нафтола (4×10^{-2} мг/см ³), см ³	1,0	1,0	1,0	4,0	4,0	4,0
Конечная концентрация фенола, 10^{-4} мг/см ³	0,75	1,5	3,0	3,0	7,5	15,0
Количество фенола в пробе, 10^{-3} мг	1,5	3,0	6,0	6,0	15,0	30,0
Количество внутреннего стандарта в пробе, 10^{-3} мг	8,0	8,0	8,0	32,0	32,0	32,0

Таблица 5

Градуировочные растворы крезолов

Номер градуировочного раствора	7	8	9	10	11
Объем рабочего стандартного раствора крезолов ($2,5 \times 10^{-3}$ мг/см ³ каждого изомера), см ³	0,8	1,0	2,0	4,0	10,0
Объем рабочего стандартного раствора 2-нафтола (4×10^{-2} мг/см ³), см ³	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Конечная концентрация каждого изомера крезола, 10^{-4} мг/см ³	0,20	0,25	0,50	1,00	2,50
Количество крезола в пробе, 10^{-3} мг	1,2	1,5	3,0	6,0	15,0
Количество внутреннего стандарта в пробе, 10^{-3} мг	8,0	8,0	8,0	8,0	8,0

Таблица 6

Градуировочные растворы 2,6-ксиленола

Номер градуировочного раствора	12	13	14	15	16	17
Объем рабочего стандартного раствора 2,6-ксиленола (3×10^{-2} мг/см ³), см ³	0,5	1,0	2,0	2,0	5,0	10,0
Объем рабочего стандартного раствора 2-нафтола (4×10^{-2} мг/см ³), см ³	1,0	1,0	1,0	4,0	4,0	4,0
Конечная концентрация 2,6-ксиленола, 10^{-3} мг/см ³	0,15	0,3	0,6	0,6	1,5	3,0
Количество 2,6-ксиленола в пробе, 10^{-2} мг	0,3	0,6	1,2	1,2	3,0	6,0
Количество внутреннего стандарта в пробе, 10^{-2} мг	0,8	0,8	0,8	3,2	3,2	3,2

Градуировочные растворы изомеров ксиленола содержащие
2,3-, 2,4-, 2,5-, 3,4-, 3,5-ксиленолы

Номер градуировочного раствора	18	19	20	21	22
Объем рабочего стандартного раствора изомеров ксиленола (6×10^{-3} мг/см ³ каждого изомера), см	0,5	1,0	2,0	5,0	10,0
Объем рабочего стандартного раствора 2-нафтола (4×10^{-2} мг/см ³), см	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Конечная концентрация каждого изомера ксиленола, 10^{-4} мг/см ³	0,3	0,6	1,2	3,0	6,0
Количество ксиленола в пробе, 10^{-2} мг	0,3	0,6	1,2	3,0	6,0
Количество внутреннего стандарта в пробе, 10^{-2} мг	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8

В делительные воронки помещают по 20 см³ градуировочных растворов, вносят по 0,4 см³ уксусного ангидрида, содержимое интенсивно встряхивают в течение 4 мин. Образовавшиеся ацетаты экстрагируют дважды хлористым метиленом, порциями по 2 см³. Объединенные экстракты упаривают в токе азота до объема 0,01—0,02 см³.

Недопустимо полное удаление растворителя!

В испаритель хроматографа вводят 0,0004—0,001 см³ растворов. Объем вводимой пробы подбирают таким образом, чтобы без изменения диапазонов входного и выходного сигнала электрометра, пики анализируемых компонентов находились в пределах шкалы самописца. Компоненты идентифицируют по относительным временам удерживания, принимая время удерживания 2-нафтилацетата равным единице. Определяют площади пиков. При анализе крезолов суммируют площади пиков с относительными временами удерживания 0,14 (ацетат о-крезола) и 0,16 (ацетаты м- и п-крезолов), определяя таким образом суммарное содержание крезолов. Аналогично при анализе ксиленолов суммируют площади пиков, соответствующих изомерам ксиленола (за исключением 2,6-ксиленола), с относительными временами удерживания 0,21; 0,22; 0,23; 0,25; 0,27. Содержание 2,6-ксиленола определяют отдельно по площади пика с относительным временем удерживания - 0,20.

Растворы хроматографируют трижды. Полученные значения площадей усредняют. Для каждого градуировочного раствора i

вычисляют относительный калибровочный коэффициент K_i по формуле:

$$K_i = \frac{m_i \cdot S_{st}}{m_{st} \cdot S_i}, \text{ где}$$

S_i , S_{st} – площади пиков анализируемого вещества и внутреннего стандарта соответственно;

m_i , m_{st} – количество анализируемого вещества и внутреннего стандарта в пробе соответственно.

Процедуру градуировки повторяют 5 раз. Для каждого из анализируемых веществ сравнивают коэффициенты K_i при разных соотношениях количеств данного вещества и внутреннего стандарта в пробе.

Если K_i для каждого вещества систематически изменяется, строят график в координатах $K_i - S_i/S_{st}$. При анализе, в зависимости от соотношения площадей пиков анализируемого вещества и стандарта, определяют K_i .

Если значения K_i для каждого вещества изменяются незначительно и несистематически, вычисляют среднее значение K_i для данного вещества и величину среднеквадратичного отклонения SK_i по формуле:

$$SK_i = \frac{(K_{ij} - K_i)^2}{(n-1)}, \text{ где}$$

n – количество вычисленных значений K_i для данного вещества.

Определение K_i для градуировочных растворов № 2, 8, 13, 19 повторяют не реже одного раза в месяц. Если, полученные при этом значения K_i не удовлетворяют критерию $[K_i - K_i] < 2 \cdot SK_i$, градуировку выполняют по полной схеме.

Анализ градуировочных растворов проводят в следующих условиях:

температура термостата колонок	140 °C
температура испарителя	270 °C
температура детектора	290 °C
скорость потока газа-носителя (азот)	40 см ³ /мин
скорость потока водорода	40 см ³ /мин
скорость потока воздуха	400 см ³ /мин

МУК 4.1.617—96

диапазон входного сигнала электрометрического $0-4 \times 10^{-11}$ А
скорость движения диаграммной ленты 1 см/мин

Относительные времена удерживания:

Фенол, ацетат	0,11
о-Крезол, ацетат	0,14
м-Крезол, ацетат	0,16
п-Крезол, ацетат	0,16
2,3-Ксиленол, ацетат	0,25
2,4-Ксиленол, ацетат	0,22
2,5-Ксиленол, ацетат	0,21
2,6-Ксиленол, ацетат	0,20
3,4-Ксиленол, ацетат	0,27
3,5-Ксиленол, ацетат	0,23
2-Нафтол, ацетат	1,00

7.4 Отбор проб

Отбор проб производится согласно ГОСТу 17.2.3.01-86.

Отбор проб осуществляют с помощью двух последовательно соединенных посредством фторопластовой трубки поглотительных приборов, каждый из которых содержит по 10 см^3 поглотительного раствора № 1. Если концентрация фенола в анализируемом воздухе превышает $2 \times 10^{-2} \text{ мг/м}^3$, и (или) концентрация 2,6-ксиленола превышает $4 \times 10^{-2} \text{ мг/м}^3$, используют поглотительный раствор № 2.

Для определения максимальной разовой концентрации анализируемый воздух аспирируют через поглотительные приборы со скоростью $15 \text{ дм}^3/\text{мин}$ в течение 20 мин. Затем содержимое двух поглотительных приборов объединяют.

Пробы можно хранить в холодильнике в тщательно закупоренной силанизированной посуде при температуре $+4-+10 \text{ }^\circ\text{C}$ не более 5-ти суток.

8. Выполнение измерений

Отобранную пробу помещают в делительную воронку, вносят $0,4 \text{ см}^3$ уксусного ангидрида и содержимое воронки интенсивно встряхивают в течение 4 мин. Ацетаты экстрагируют дважды хлористым метиленом порциями по 2 см^3 . Объединенные экстракты упаривают в токе азота до объема $0,01-0,02 \text{ см}^3$ анализируемого раствора. Для каждого из

анализируемых веществ вычисляют массу вещества в пробе (М) по формуле:

$$M (\text{мг}) = \frac{Q \cdot K_i \cdot S_i}{S_{st}}, \text{ где}$$

Q – количество внутреннего стандарта в пробе, мг;

Если при отборе пробы использовали поглотительный раствор № 1, Q = 0,008 мг; если использовали поглотительный раствор № 2, Q = 0,032 мг.

K_i – относительный калибровочный коэффициент для данного вещества;

S_i, S_{st} – площади пиков анализируемого вещества и внутреннего стандарта соответственно.

9. Вычисление результатов измерений

Концентрацию вещества в атмосферном воздухе (мг/м³) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{M}{V_0}, \text{ где}$$

M – масса вещества в пробе, мг;

V₀ – объем пробы воздуха, приведенный к нормальным условиям, м³;

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

V_t – объем отобранной пробы воздуха, м³;

P – давление в момент отбора пробы воздуха, мм рт. ст.;

t – температура воздуха в местах отбора, °С.

Методические указания разработаны И. А. Фатхулиным, М. П. Мочаловой, А. А. Костюкович (НИИ экологии человека и гигиены окружающей среды, г. Москва).

**Определение концентраций загрязняющих веществ
в атмосферном воздухе**
Сборник методических указаний
МУК 4.1.591—96—4.1.645—96, 4.1.662—97, 4.1.666—97

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

Формат 60x88/16.

Подписано в печать 17.09.97

Тираж 5000 экз.

Печ. л. 28,5
Заказ 6846

ЛР № 020877 от 20.05.94 г.

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

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

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