

**4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ**

**Определение концентраций загрязняющих  
веществ в атмосферном воздухе**

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

*Издание официальное*

**Минздрав России  
Москва • 1997**

#### **4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ**

### **Определение концентраций загрязняющих веществ в атмосферном воздухе**

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

**ББК 51.21я8  
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: Малышева А. Г. (руководитель), Зиновьева Н. П., Суворова Ю. Б., Растянников 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 адамонтана 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 кис- лоты в атмосферном воздухе потенциометрическим титрованием. МУК 4.1.593—96 . . . . .	22
Методические указания по высокоэффективному жидкостному хрома- тографическому определению D(-)- $\alpha$ -аминифенилуксусной кислоты. МУК 4.1.594—96 . . . . .	29
Методические указания по определению 2-аминоэтилсерной кисло- ты в атмосферном воздухе методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.595—96 . . . . .	35
Методические указания по фотометрическому определению солей аммо- ния сернокислого и аммония надсернокислого в атмосферном воздухе по иону аммония. МУК 4.1.596—96 . . . . .	41
Методические указания по газохроматографическому определению анилина, N-метиланилина, N,N-диметиланилина, O-толуидина, N-этил- анилина, 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 аро- матических, 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 атмос- ферном 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-бен- зохинона в атмосферном воздухе. МУК 4.1.605—96 . . . . .	112
Методические указания по газохроматографическому определению 1-бром- нафталина 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 метилала 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 метилголулата в атмосферном воздухе. МУК 4.1.626—96 . . . . .	282
Методические указания по газохроматографическому определению метилформиата в атмосферном воздухе. МУК 4.1.627—96 . . . . .	290

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

Методические указания по фотоколориметрическому определению 2-нафтола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.628—96 . . . . .	297
Методические указания по фотоколориметрическому определению нитрилов (C10—C16) в атмосферном воздухе. МУК 4.1.629—96 . . . . .	303
Методические указания по определению о-нитроанилина в атмосферном воздухе методом тонкослойной хроматографии. МУК 4.1.630—96 . . . . .	309
Методические указания по высокоэффективному жидкостному хроматографическому определению нитробензола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.631—96 . . . . .	316
Методические указания по газохроматографическому определению пропилбензола, этилтолуолов, псевдокумола и нафталина в атмосферном воздухе. МУК 4.1.632—96 . . . . .	321
Методические указания по газохроматографическому определению псевдокумола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.633—96 . . . . .	330
Методические указания по определению ремантадина в атмосферном воздухе методом тонкослойной хроматографии. МУК 4.1.634—96 . . . . .	339
Методические указания по газохроматографическому определению терефталевой кислоты в атмосферном воздухе. МУК 4.1.635—96 . . . . .	346
Методические указания по определению тиомочевины в атмосферном воздухе методом тонкослойной хроматографии. МУК 4.1.636—96 . . . . .	354
Методические указания по газохроматографическому определению толуола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.637—96 . . . . .	360
Методические указания по газохроматографическому определению уксусной кислоты в атмосферном воздухе. МУК 4.1.638—96 . . . . .	366
Методические указания по фотоколориметрическому определению фурфурола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.639—96 . . . . .	372
Методические указания по газохроматографическому определению фурфурола и метилфурфурола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.640—96 . . . . .	378
Методические указания по определению хлорамина ХБ в атмосферном воздухе методом тонкослойной хроматографии. МУК 4.1.641—96 . . . . .	385
Методические указания по газохроматографическому определению хлорангидрида $\beta$ -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<sub>м.р.</sub> 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/м<sup>3</sup>.

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

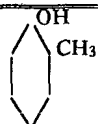
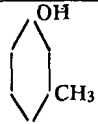
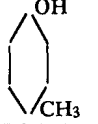
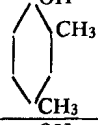
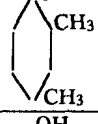
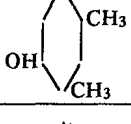
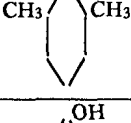
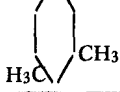
Таблица 1

Название (синонимы)	Эмпирическая формула	Структурная формула
Фенол (оксibenзол; карболовая кислота)	C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> O	

Издание официальное

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

Продолжение таблицы 1

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

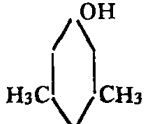
Название (синонимы)	Эмпирическая формула	Структурная формула
3,5-Ксиленол (3,5-диметилфенол; симм-м-ксиленол; 5-окси-м-ксилол)	$C_8H_{10}O$	

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 <sup>3</sup>			
	вода	этанол	эфир	прочие органические растворители
Фенол	6,7 <sup>16</sup>		л. р.	р. хлф., ацетоне, сероуглероде, глиц.
о-Крезол	3,1 <sup>40</sup>			р. хлф., бzl., ацетоне
м-Крезол	2,42 <sup>25</sup>			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 сверху означает температуру (°C), 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/м<sup>3</sup>, среднесуточная – 0,003 мг/м<sup>3</sup>. ПДК трикрезола (смесь изомеров крезолов) в атмосферном воздухе населенных мест: максимальная разовая и среднесуточная – 0,005 мг/м<sup>3</sup>. ПДК 2,6-ксиленола в атмосферном воздухе населенных мест: максимальная разовая – 0,02 мг/м<sup>3</sup>, среднесуточная – 0,01 мг/м<sup>3</sup>.

**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 <sup>3</sup> /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 <sup>3</sup>	ГОСТ 8613-75
Колбы мерные емкостью 100, 1000 см <sup>3</sup>	ГОСТ 1770-74
Линейка измерительная с ценой деления 1 мм	ГОСТ 427-75
Лупа 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 <sup>3</sup>	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

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	$20 \pm 10$ °C
атмосферное давление	630—800 мм рт. ст.
влажность воздуха	не более 80 % при температуре 25 °C;
- 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  $^\circ\text{C}/\text{мин}$ , 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  $100 \text{ см}^3$  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  $1000 \text{ см}^3$ .



*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  $100 \text{ см}^3$ .*

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

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

*Исходный стандартный раствор ксиленолов, содержащий следующие изомеры: 2,3-, 2,4-, 2,5-, 3,4-, 3,5-ксиленолы, 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  $100 \text{ см}^3$ .*

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

*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  $100 \text{ см}^3$ .*

*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  $100 \text{ см}^3$ .*

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

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

*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  $100 \text{ см}^3$ .*

*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  $4 \times 10^{-2}$  мг/см<sup>3</sup> раствором натрия углекислого в мерной колбе объемом 100 см<sup>3</sup>.

Поглотительный раствор № 2 с концентрацией 2-нафтола  $1,6 \times 10^{-4}$  мг/см<sup>3</sup> готовят разбавлением 4,0 см<sup>3</sup> рабочего стандартного раствора 2-нафтола с концентрацией  $4 \times 10^{-2}$  мг/см<sup>3</sup> раствором натрия углекислого в мерной колбе объемом 100 см<sup>3</sup>.

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 см<sup>3</sup> 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 <sup>3</sup> ), см <sup>3</sup>	0,5	1,0	2,0	2,0	5,0	10,0
Объем рабочего стандартного раствора 2-нафтола ( $4 \times 10^{-2}$ мг/см <sup>3</sup> ), см <sup>3</sup>	1,0	1,0	1,0	4,0	4,0	4,0
Конечная концентрация фенола, $10^{-4}$ мг/см <sup>3</sup>	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 <sup>3</sup> каждого изомера), см <sup>3</sup>	0,8	1,0	2,0	4,0	10,0
Объем рабочего стандартного раствора 2-нафтола ( $4 \times 10^{-2}$ мг/см <sup>3</sup> ), см <sup>3</sup>	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Конечная концентрация каждого изомера крезолов, $10^{-4}$ мг/см <sup>3</sup>	0,20	0,25	0,50	1,00	2,50
Количество крезолов 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-ксиленолов

Номер градуировочного раствора	12	13	14	15	16	17
Объем рабочего стандартного раствора 2,6-ксиленолов ( $3 \times 10^{-2}$ мг/см <sup>3</sup> ), см <sup>3</sup>	0,5	1,0	2,0	2,0	5,0	10,0
Объем рабочего стандартного раствора 2-нафтола ( $4 \times 10^{-2}$ мг/см <sup>3</sup> ), см <sup>3</sup>	1,0	1,0	1,0	4,0	4,0	4,0
Конечная концентрация 2,6-ксиленолов, $10^{-3}$ мг/см <sup>3</sup>	0,15	0,3	0,6	0,6	1,5	3,0
Количество 2,6-ксиленолов 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 ( $6 \times 10^{-3}$ мг/см <sup>3</sup> каждого изомера), см	0,5	1,0	2,0	5,0	10,0
Объем рабочего стандартного раствора 2-нафтола ( $4 \times 10^{-2}$ мг/см <sup>3</sup> ), см	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Конечная концентрация каждого изомера ксиленола, $10^{-4}$ мг/см <sup>3</sup>	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 см<sup>3</sup> градуировочных растворов, вносят по 0,4 см<sup>3</sup> уксусного ангидрида, содержащее интенсивно встряхивают в течение 4 мин. Образовавшиеся ацетаты экстрагируют дважды хлористым метиленом, порциями по 2 см<sup>3</sup>. Объединенные экстракты упаривают в токе азота до объема 0,01—0,02 см<sup>3</sup>.

*Недопустимо полное удаление растворителя!*

В испаритель хроматографа вводят 0,0004—0,001 см<sup>3</sup> 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 <sup>3</sup> /мин
скорость потока водорода	40 см <sup>3</sup> /мин
скорость потока воздуха	400 см <sup>3</sup> /мин

диапазон входного сигнала электрометрического  $0-4 \times 10^{-11}$  А  
 скорости 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  $10 \text{ см}^3$  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  $+4-+10^\circ \text{C}$  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  $2 \text{ см}^3$ . 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<sub>i</sub> – относительный калибровочный коэффициент для данного вещества;

S<sub>i</sub>, S<sub>st</sub> – площади пиков анализируемого вещества и внутреннего стандарта соответственно.

### 9. Вычисление результатов измерений

Концентрацию вещества в атмосферном воздухе (мг/м<sup>3</sup>) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{M}{V_0}, \text{ где}$$

M – масса вещества в пробе, мг;

V<sub>0</sub> – объем пробы воздуха, приведенный к нормальным условиям, м<sup>3</sup>;

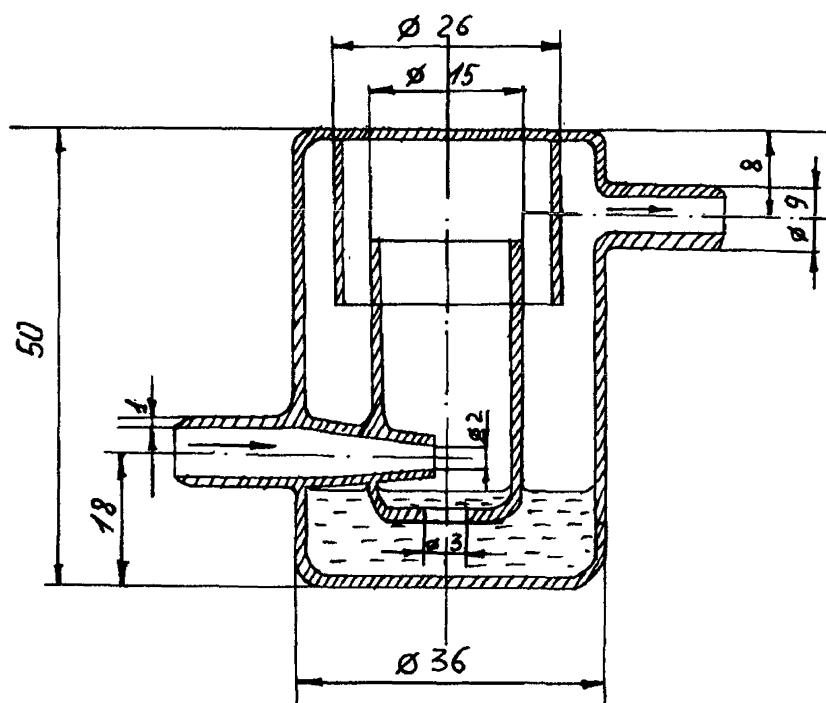
$$V_0 = \frac{V_t \cdot 273 \cdot P}{(273 + t) \cdot 760}, \text{ где}$$

V<sub>t</sub> – объем отобранной пробы воздуха, м<sup>3</sup>;

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).*



**Рис. 1.** Поглощительный прибор.



**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