

**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 адамантана в атмосферном воздухе. МУК 4.1.591—96 . . . . .	8
Методические указания по газохроматографическому определению 2-аллилоксиэтилового спирта в атмосферном воздухе. МУК 4.1.592—96 . . . . .	14
Методические указания по определению 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 беназола 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-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 $\beta$ -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 4.1.635—96

Дата введения – с момента утвер-  
ждения

## 4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

### Методические указания по газохроматографическому определению терефталевой кислоты в атмосферном воздухе

Настоящие методические указания устанавливают газохро-  
матографическую методику количественного химического  
анализа атмосферного воздуха для определения в нем содер-  
жания терефталевой кислоты в диапазоне концентраций 0,005—  
0,100 мг/м<sup>3</sup>.

$C_6H_4(COOH)_2$

Мол. масса 166,13

Терефталевая кислота – белый сыпучий порошок, возгоняется  
не плавясь при 300 °С, растворяется в спиртах, серном эфире,  
гексане, диметилформамиде, N-метилпирролидоне, трудно раст-  
ворима в воде (6 мг/дм<sup>3</sup>). В воздухе находится в виде аэрозоля.

Терефталевая кислота влияет на центральную нервную  
систему, слизистую оболочку глаз, органы дыхания. ПДК<sub>м.р.</sub>  
для атмосферного воздуха населенных мест – 0,01 мг/м<sup>3</sup>.

#### 1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью,  
не превышающей ±14,3 %, при доверительной вероятности 0,95.

Издание официальное

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

## 2. Метод измерений

Измерение концентрации терефталевой кислоты выполняют методом газожидкостной хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием. Концентрирование из воздуха осуществляют на фильтр с последующим переводением в диэтилтерефталат.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы — 2,5 мкг.

Определению не мешают: метилформиат, ацетальдегид, формальдегид, толуол, ксилолы, уксусная, муравьиная кислоты, диметиловый эфир, метилбензоат, диметилтерефталат, диметилизофталат, диметилортофталат.

## 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 с пламенно-ионизационным детектором

Аспирационное устройство для отбора проб воздуха «Эжектор-101» или другой, позволяющий отбирать пробу с заданной скоростью

Барометр-анероид М-67

Весы аналитические ВЛА-200

Линейка измерительная

Лупа измерительная

Меры массы

Микрошприц типа МШ-10М

Посуда стеклянная лабораторная

Секундомер 2-го кл. точности

Термометр лабораторный шкальный

ТУ 03-75

ТУ 2504-1797-75

ГОСТ 24104-80Е

ГОСТ 17435-72

ГОСТ 8309-75

ГОСТ 7328-82Е

ТУ 2.838-106

ГОСТ 1770-74Е и  
20292-74Е

ГОСТ 5072-79

ГОСТ 215-73Е

### 3.2. Вспомогательные устройства

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

Баня водяная

Вакуумный компрессор марки ВН-461 М

Дистиллятор

ГОСТ 16285-80

ТУ 61-1-2850-76

ТУ 26-06-459-69

ТУ 61-1-721-79

## МУК 4.1.635—96

Обратный холодильник	ГОСТ 9499-70
Редуктор водородный	ТУ 26-05-463-76
Редуктор кислородный	ТУ 26-05-235-70
Установка для получения диазоэтана (см. рис.)	
Фильтродержатель	
Чашка фарфоровая выпарительная	ГОСТ 9147-80

### 3.3. Материалы

Азот сжатый	ГОСТ 9293-74
Водород сжатый	ГОСТ 3022-89
Воздух сжатый	ГОСТ 11882-73
Стекловата или стекловолокно	
Лед, полученный замораживанием дистиллированной воды	
Фильтры пористые АФА-ВП-10(20) или АФА-ХА-10(20)	ТУ 96-7186-78

### 3.4. Реактивы

Ацетон, х. ч.	ГОСТ 2603-79
Винилсиликоновый каучук СКТВ-1, неподвижная жидкая фаза	ВТУ 115-62
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72
Дипропиладипинат, ч.	ТУ 6-09-713-76
Калия гидроксид, ч.	ГОСТ 24363-80
Кислота серная концентрированная, х. ч.	ГОСТ 4204-77
Кислота терефталевая марки Б, ч.	ТУ 6-09-896-88
Мочевина, ч.	ГОСТ 6691-77
Натрий азотистокислый, ч.	ГОСТ 4197-78
Натрий хлористый, ч.	ГОСТ 4233-77
Спирт метиловый, х. ч.	ГОСТ 6995-77
Спирт этиловый, техн.	ГОСТ 18300-72
Хлороформ, х. ч.	ТУ 6-09-06-800-76
Хроматон N-AW (фр. 0,315—0,400 мм) — твердый носитель для газожидкостной хроматографии (производство «Сметарол», Чехия)	
Этиламин солянокислый (бромистоводородный), ч., (производство Германия)	
Эфир диэтиловый, техн., (перегнанный)	ГОСТ 6255-74

#### 4. Требования безопасности

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

4.2. При выполнении измерений с использованием 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, с опытом работы на газовом хроматографе.

#### 6. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят в нормальных условиях согласно ГОСТу 15150-69 при температуре воздуха  $(20 \pm 10)^\circ\text{C}$ , атмосферном давлении 630—800 мм рт. ст. и влажности воздуха не более 80 %;
- выполнение измерений на газовом хроматографе проводят в условиях, рекомендуемых технической документацией к прибору.

#### 7. Подготовка к выполнению измерений

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

##### 7.1. Приготовление растворов

*Исходный раствор терефталевой кислоты для градуировки* ( $c = 1 \text{ мг/см}^3$ ). 50 мг терефталевой кислоты вносят в колбу вместимостью 50  $\text{см}^3$ , доводят объём до метки метанолом и тщательно перемешивают. Срок хранения – 3 месяца.

*Рабочий раствор терефталевой кислоты для градуировки* ( $c = 0,05 \text{ мг/см}^3$ ). 5,0  $\text{см}^3$  исходного раствора вносят в мерную колбу вместимостью 100  $\text{см}^3$ , доводят до метки метиловым спиртом и тщательно перемешивают. Срок хранения – 3 месяца.

*40 % раствор гидроксида калия*. 40 г КОН растворяют в 60  $\text{см}^3$  дистиллированной воды. Срок хранения – неограничен.

*Исходный раствор внутреннего стандарта дипропилового эфира адипиновой кислоты в метаноле* ( $c = 10 \text{ мг/см}^3$ ). 250 мг дипропиладипината вносят в мерную колбу вместимостью

25 см<sup>3</sup>, доводят до метки метанолом и тщательно перемешивают. Срок хранения – 3 месяца.

*Рабочий раствор внутреннего стандарта* ( $c = 0,1 \text{ мг/см}^3$ ). 1,0 см<sup>3</sup> исходного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят объем до метки метанолом и тщательно перемешивают. Срок хранения – 3 месяца.

*Нитрозоэтилмочевина синтезированная.* В колбу вместимостью от 2,0 до 3,0 дм<sup>3</sup> помещают 121,5 г этиламина солянокислого (189 г бромистоводородного), 300 г мочевины и 400 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Смесь кипятят 3 ч с обратным холодильником. Затем колбу охлаждают и добавляют 101,4 г натрия азотистокислого, 600 г льда (из дистиллированной воды). Снаружи с помощью смеси льда и соли охлаждают до -10 °С. К содержимому колбы очень осторожно (по каплям) приливают 60 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты, следя за тем, чтобы температура не превышала +5 °С. Полученную нитрозоэтилмочевину отфильтровывают на воронке Бюхнера и промывают ледяной водой. Сушат в эксикаторе 1 сутки. Сохраняют в холодильнике при температуре не выше +5 °С в колбе со стеклянной пробкой.

*Диазоэтан синтезированный.* В колбу вместимостью от 50 до 100 см<sup>3</sup> вносят 5 см<sup>3</sup> 40 %-ного водного раствора гидроксида калия и 10 см<sup>3</sup> диэтилового эфира. Колбу помещают в емкость со льдом и вносят в нее 1,0 г нитрозоэтилмочевины (рис. 1). Выделяющийся газообразный диазоэтан поступает в приемник с 50 см<sup>3</sup> перегнанного диэтилового эфира. Используют свежеприготовленным.

## 7.2. Подготовка хроматографической колонки

Насадка для хроматографической колонки состоит из 15 % СКТВ-1, нанесенного на хроматон N-AW. Для этого в фарфоровой чашке взвешивают 1,5 г СКТВ-1 и растворяют в 50 см<sup>3</sup> хлороформа. В полученный раствор вносят 10,0 г хроматона N-AW. При непрерывном помешивании содержимого чашки выпаривают растворитель на водяной бане до сыпучего состояния сорбента. Перед заполнением хроматографической насадкой колонку промывают горячей водой, дистиллированной водой, ацетоном, этанолом и высушивают в токе инертного газа. Заполнение хроматографической колонки насадкой проводят под вакуумом. Кондиционирование проводят при постоянном повышении температуры от 100 до 250 °С со скоростью 1 °С/мин, без подключения колонки к детектору. После 4-часовой выдержки при температуре 250 °С колонку охлаждают, подключают к детектору

и записывают нулевую линию в рабочем режиме. При отсутствии дрейфа нулевой линии колонка готова к работе.

### 7.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают по 5-ти сериям градуировочных растворов, каждая из которых состоит из 6-ти растворов. Для этого в стеклянный бюкс вместимостью 50 см<sup>3</sup> помещают пористый фильтр АФА-ВП-10(20), с нанесенным рабочим раствором терефталевой кислоты, и добавляют метиловый спирт согласно табл. 1.

Таблица 1

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентрации терефталевой кислоты

Номер раствора для градуировки	1	2	3	4	5	6
Объем рабочего раствора (с = 0,05 мг/см <sup>3</sup> ), см <sup>3</sup>	0,05	0,10	0,20	0,40	0,80	1,00
Объем метилового спирта, см <sup>3</sup>	4,95	4,90	4,80	4,60	4,20	4,00
Масса терефталевой к-ты, нанесенная на фильтр, мг	0,0025	0,0050	0,0100	0,0200	0,0400	0,0500

Через 2 мин (не более) фильтр извлекают из жидкости пинцетом, отжимают и удаляют из бюкса. К оставшемуся раствору приливают раствор диазозтана в диэтиловом эфире до светло-апельсинового окрашивания пробы. После обесцвечивания пробы в бюкс вносят 0,2 см<sup>3</sup> (0,02 мг) рабочего раствора внутреннего стандарта. Пробу максимально упаривают в токе воздуха без нагревания в вытяжном шкафу. В испаритель хроматографа вводят 1—3 мм<sup>3</sup> пробы. Анализ проводят при следующих условиях:

температура термостата колонок	195 °С
температура испарителя	350 °С
расход газа-носителя (азота)	40 см <sup>3</sup> /мин
расход водорода	30 см <sup>3</sup> /мин
расход воздуха	300 см <sup>3</sup> /мин
время удерживания диэтилового эфира терефталевой кислоты относительно внутреннего стандарта	1,45

На полученной хроматограмме рассчитывают площади пиков терефталевой кислоты и внутреннего стандарта (дипропиладипината).

Градуировочный коэффициент вычисляют по формуле:

$$K = \frac{S_{дпа} \cdot m_{тфк}}{S_{тфк} \cdot m_{дпа}}, \text{ где}$$

$m_{дпа}$ ,  $m_{тфк}$  – массы внутреннего стандарта и терефталевой кислоты, введенные в градуировочную смесь, мг;

$S_{дпа}$ ,  $S_{тфк}$  – площади пиков внутреннего стандарта и терефталевой кислоты, введенных в градуировочную смесь, мм<sup>2</sup>.

Проверку градуировочного коэффициента проводят 1 раз в квартал и при смене партии реактивов.

#### 7.4. Отбор проб

Отбор проб воздуха проводят согласно ГОСТу 17.2.3.01-86 на фильтр со скоростью 20 дм<sup>3</sup>/мин в течение 25 мин. Срок хранения пробы – 1 месяц.

### 8. Выполнение измерений

После отбора пробы воздуха фильтр помещают в бюкс вместимостью 50 см<sup>3</sup> и приливают 5,0 см<sup>3</sup> метанола. Далее обработка пробы и анализ в соответствии с п. 7.3.

### 9. Вычисление результатов измерений

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

$$C = \frac{S_{тфк} \cdot m_{дпа} \cdot K \cdot 1000}{S_{дпа} \cdot V_0}, \text{ где}$$

$K$  – градуировочный коэффициент;

$V_0$  – объем отобранного воздуха, приведенный к нормальным условиям, дм<sup>3</sup>;

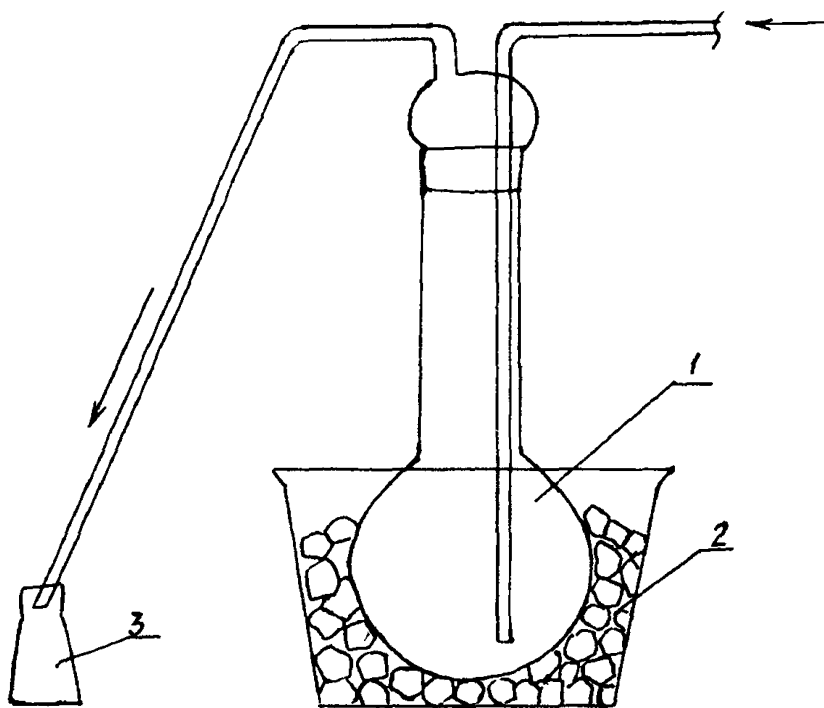
$$V_0 = \frac{V_t \cdot 273 \cdot P}{(273 + t) \cdot 760}, \text{ где}$$

$V_t$  – объем воздуха, отобранный для анализа, дм<sup>3</sup>;

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

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

*Методические указания разработаны В. Ф. Федониной, В. А. Щегловой, В. И. Романовой, Р. Д. Дубовенко (ВНИИП мономеров, г. Тула).*



**Рис. 1.** Установка для получения диазоэтана.

1 - реакционная колба вместимостью 50—100 см<sup>3</sup>, 2 - емкость со льдом,  
3 - приемник.



**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 60х88/16.  
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