Государственная система санитарно-эпидемиологического нормирования Российской Федерации

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

gost.e-ecolog.ru

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 аминофенилуксусной 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 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, О-толуидина, N-этиланилина, N,N-диэтиланилина, N-этил-О-толуидина, N,N-диэтил-М-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 беназола 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

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 метилаля 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 метилтолуилата в атмосферном воздухе. МУК 4.1.626—96 282

Методические указания по газохроматографическому определению метилформиата в атмосферном воздухе. МУК 4.1.627—96 290

Методические указания по фотоколориметрическому определению 2-нафтола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.628—96 297

Методические указания по фотоколориметрическому определению нитрилов (С10—С16) 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 – заместитель Главного государственного санитарного врача Российской Федерации

С. В. Семенов

31 октября 1996 г.

Дата введения – с момента утверждения

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 ПДКм.р. и суммарной погрешностью, не привышающей 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 – заместителем Главного государственного санитарного врача Российской Федерации
31 октября 1996 г.
МУК 4.1.617—96
Дата введения – с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

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

Настоящие методические указания устанавливают газохроматографическую методику количественного химического анализа атмосферного воздуха для определения в нем содержания ксиленолов, крезолов и фенола в диапазоне концентраций 0,004—0,1 мг/м^3.

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

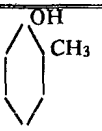
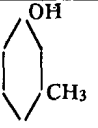
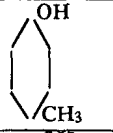
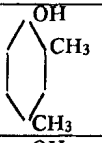
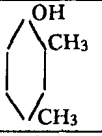
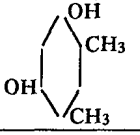
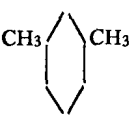
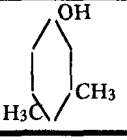
Таблица 1

Название (синонимы)	Эмпирическая формула	Структурная формула
Фенол (оксибензол; карболовая кислота)	C_6H_6O	

Издание официальное

Настоящие методические указания не могут быть полностью или частично воспроизведены, тиражированы и распространены 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; вицо-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; вицм-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

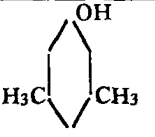
Название (синонимы)	Эмпирическая формула	Структурная формула
3,5-Ксиленол (3,5-диметилфенол; симм-м-ксиленол; 5-окси-м-ксилол)	$C_8H_{10}O$	

Таблица 2

Физические свойства фенола, крезолов, ксиленолов

Название	Молекулярная масса	Внешний вид	Температура (°С)	
			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.

Таблица 3

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., бзл., ацетоне
м-Крезол	$2,42^{25}$			р. хлф., бзл., 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; бзл. – 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/$м^3$, среднесуточная – 0,003 мг/$м^3$. ПДК трикрезола (смесь изомеров крезола) в атмосферном воздухе населенных мест: максимальная разовая и среднесуточная – 0,005 мг/$м^3$. ПДК 2,6-ксиленола в атмосферном воздухе населенных мест: максимальная разовая – 0,02 мг/$м^3$, среднесуточная – 0,01 мг/$м^3$.

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
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 $см^3$	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	

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 $см^3$/мин при комнатной температуре в течение 1 ч. Затем температуру термостата колонки повышают со скоростью 1 °С/мин до максимальной рабочей температуры, но при температурах 50, 80, 110, 150 °С выдерживают колонку в течение 30 мин. При температуре 190 °С 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 °С/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 °С/мин, выводят хроматограф на рабочий режим. В диапазоне измерения входного тока электромера 0 – 2 х 10^{-10} 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 $см^3$ диметилхлорсилана в 100 $см^3$ гексана.

Раствор натрия углекислого с концентрацией 0,045 г/$см^3$ 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 мг/см^3 готовят растворением 50,0 мг фенола в этаноле в мерной колбе объемом 100 см^3.

Исходный стандартный раствор крезолов с концентрацией каждого изомера 0,5 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 мг/см^3 готовят растворением 100 мг 2,6-ксиленола в этаноле в мерной колбе объемом 100 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 мг/см^3 готовят растворением навесок по 20,0 мг каждого вещества в этаноле в мерной колбе объемом 100 см^3.

Исходный стандартный раствор 2-нафтола (внутренний стандарт) с концентрацией 0,8 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 х 10^{-2} мг/см^3 готовят разбавлением 3,0 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 х 10^{-3} мг/см^3 готовят разбавлением 0,5 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 х 10^{-2} 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 ксиленола, содержащий следующие изомеры: 2,3-, 2,4-, 2,5-, 3,4-, 3,5-ксиленолы, с концентрацией каждого изомера 6 х 10^{-3} мг/см^3 готовят разбавлением 3,0 см^3 исходного стандартного раствора ксиленолов раствором натрия углекислого в мерной колбе объемом 100 см^3.

Рабочий стандартный раствор 2-нафтола с концентрацией 4 х 10^{-2} мг/см^3 готовят разбавлением 5,0 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 х 10^{-4} мг/см^3 готовят разбавлением 1,0 см^3 рабочего стан-

дартного раствора 2-нафтола с концентрацией 4 х 10^{-2} мг/см^3 раствором натрия углекислого в мерной колбе объемом 100 см^3.

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

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^3 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 х 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 х 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

Таблица 7

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 x 10^{-3} мг/см^3 каждого изомера), см^3	0,5	1,0	2,0	5,0	10,0
Объем рабочего стандартного раствора 2-нафтола (4 x 10^{-2} мг/см^3), см^3	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 см^3 градуировочных растворов, вносят по 0,4 см^3 уксусного ангидрида, содержимое интенсивно встряхивают в течение 4 мин. Образовавшиеся ацетаты экстрагируют дважды хлористым метиленом, порциями по 2 см^3. Объединенные экстракты упаривают в токе азота до объема 0,01—0,02 см^3 .

Недопустимо полное удаление растворителя!

В испаритель хроматографа вводят 0,0004—0,001 см^3 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 Ki по формуле:

$$Ki = \frac{mi \cdot Sst}{mst \cdot Si}, \text{ где}$$

Si, Sst – площади пиков анализируемого вещества и внутреннего стандарта соответственно;

mi, mst – количество анализируемого вещества и внутреннего стандарта в пробе соответственно.

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

Если Ki для каждого вещества систематически изменяется, строят график в координатах Ki – Si/Sst. При анализе, в зависимости от соотношения площадей пиков анализируемого вещества и стандарта, определяют Ki.

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

$$SKi = \frac{(Kij - Kij^2)}{(n-1)}, \text{ где}$$

n – количество вычисленных значений Ki для данного вещества.

Определение Ki для градуировочных растворов № 2, 8, 13, 19 повторяют не реже одного раза в месяц. Если полученные при этом значения Ki не удовлетворяют критерию $[Ki - Ki] < 2 \cdot SKi$, 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

диапазон входного сигнала электрометрического	0—4 x 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 x 10^{-2} $мг/м^3$ и (или) концентрация 2,6-ксиленола превышает 4 x 10^{-2} $мг/м^3$, используют поглотительный раствор № 2.

Для определения максимальной разовой концентрации анализируемый воздух аспирируют через поглотительные приборы со скоростью 15 $дм^3$/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 °С не более 5-ти суток.

8. Выполнение измерений

Отобранную пробу помещают в делительную воронку, вносят 0,4 $см^3$ 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 $см^3$ анализируемого раствора. Для каждого из

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

$$M\,(мг) = \frac{Q \cdot Ki \cdot Si}{Sst}, \text{ где}$$

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.

Ki – относительный калибровочный коэффициент для данного вещества;

Si, Sst – площади пиков анализируемого вещества и внутреннего стандарта соответственно.

9. Вычисление результатов измерений

Концентрацию вещества в атмосферном воздухе (мг/м^3) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{M}{V_0}, \text{ где}$$

M – масса вещества в пробе, мг;

V_0 – объем пробы воздуха, приведенный к нормальным условиям, м^3;

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

V_t – объем отобранной пробы воздуха, м^3;

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).

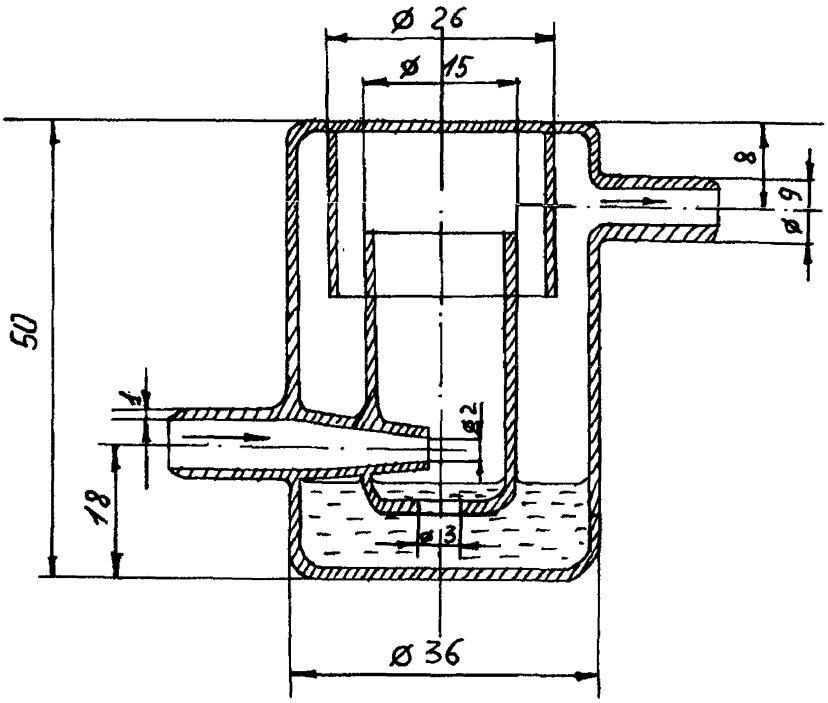


Рис. 1. *Поглотительный прибор.*

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.

Подписано в печать 17.09.97

Формат 60x88/16. Печ. л. 28,5

Тираж 5000 экз. 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

gost.e-ecolog.ru