

**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 кислоты в атмосферном воздухе потенциометрическим титрованием. МУК 4.1.593—96 . . . . .                                                                                                     | 22  |
| Методические указания по высокоэффективному жидкостному хроматографическому определению D(-)- $\alpha$ -аминифенилуксусной 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, O-толуидина, N-этиланилина, N,N-диэтиланилина, N-этил-O-толуидина, N,N-диэтил-M-толуидина в атмосферном воздухе. МУК 4.1.597—96 . . . . . | 47  |
| Методические указания по газохроматографическому определению ароматических, серосодержащих, галогеносодержащих веществ, метанола, ацетона и ацетонитрила в атмосферном воздухе. МУК 4.1.598—96 . . . . .                                            | 58  |
| Методические указания по газохроматографическому определению ацетальдегида в атмосферном воздухе. МУК 4.1.599—96 . . . . .                                                                                                                          | 72  |
| Методические указания по газохроматографическому определению ацетона, метанола и изопропанола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.600—96 . . . . .                                                                                                       | 79  |
| Методические указания по газохроматографическому определению ацетоуксусного эфира в атмосферном воздухе. МУК 4.1.601—96 . . . . .                                                                                                                   | 87  |
| Методические указания по газохроматографическому определению бензола П (2-/2'-гидрокси-5'-метилфенил/бензтриазол) в атмосферном воздухе. МУК 4.1.602—96 . . . . .                                                                                   | 94  |
| Методические указания по газохроматографическому определению бензилацетата в атмосферном воздухе. МУК 4.1.603—96 . . . . .                                                                                                                          | 100 |
| Методические указания по газохроматографическому определению бензилбензоата в атмосферном воздухе. МУК 4.1.604—96 . . . . .                                                                                                                         | 106 |
| Методические указания по фотометрическому определению п-бензохинона в атмосферном воздухе. МУК 4.1.605—96 . . . . .                                                                                                                                 | 112 |
| Методические указания по газохроматографическому определению 1-бромнафталина в атмосферном воздухе. МУК 4.1.606—96 . . . . .                                                                                                                        | 117 |
| Методические указания по определению винилхлорида в атмосферном воздухе методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.607—96 . . . . .                                                                                                              | 123 |



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

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



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

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



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

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 ПДКм.р. и суммарной погрешностью, не превышающей 25 %, с отбором пробы воздуха в течение 20—30 мин при определении максимальной разовой концентрации или круглосуточном отборе пробы при определении среднесуточной концентрации.

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

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



## УТВЕРЖДЕНО

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

31 октября 1996 г.

МУК 4.1.662—97

Дата введения – с момента утвер-  
ждения

## 4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Методические указания по определению  
массовой концентрации стирола в  
атмосферном воздухе методом  
газовой хроматографии**

**1. Общие положения**

Методика предназначена для количественного определения содержания стирола в атмосферном воздухе на уровне ПДК и может быть эффективно использована при санитарно-гигиенической оценке полимерных материалов.

Методика основана на газохроматографическом анализе с пламенно-ионизационным детектированием стирола после его концентрирования из воздушной среды на адсорбенте. Диапазон измерения от 0,5 до 20 ПДК для атмосферного воздуха населенных мест.

Стирол – бесцветная прозрачная жидкость с резким неприятным запахом.

Молекулярная формула –  $C_6H_5CH=CH_2$ .

Молекулярная масса – 104,15

Температура кипения – 146 °С

Температура воспламенения – 490 °С

Температура вспышки – 34 °С

Взрывоопасные концентрации в смеси с воздухом 1,1—6,1 %.

Издание официальное

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



Стирол растворяется в эфире, метаноле, бензоле, четыреххлористом углероде и других органических растворителях.

Стирол обладает раздражающим, аллергическим действием, оказывает влияние на нервную систему и кроветворные органы.

Предельно допустимая концентрация стирола в воздухе рабочей зоны  $5 \text{ мг/м}^3$ , в атмосферном воздухе населенных мест: максимально-разовая –  $0,003 \text{ мг/м}^3$ , среднесуточная –  $0,002 \text{ мг/м}^3$ .

## 2. Погрешность измерений

Предел допускаемых значений относительной погрешности результата измерений  $\Delta \pm 14 \%$  при доверительной вероятности 0,95. Нормативами контроля качества (сходимости) измерения ( $\delta$ ) является допускаемое относительное расхождение между результатами двух параллельных измерений, равное 20 %, и предельная относительная погрешность градуировки ( $\delta_{гр}$ ), равная 5 % при доверительной вероятности 0,95.

## 3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

### 3.1 Средства измерений и вспомогательные устройства

Газовый хроматограф с пламенно-ионизационным детектором

Колонки газохроматографические стеклянные длиной 2,5 м и внутренним диаметром 3 мм, 2 шт.

Микрошприц «Газохром-101» с диапазоном шкалы  $0—1,0 \text{ мм}^3$  или другой с аналогичными характеристиками

Патрон-концентратор (патрон) из нержавеющей стали (рис. 1)

Трехходовой кран (рис. 2, поз. 1)

Весы лабораторные 2-го класса точности с верхним пределом взвешивания 200 г.

ГОСТ 24104-88

Линейка металлическая измерительная, диапазон измерений  $0—300 \text{ мм}$ , цена деления 1 мм

ГОСТ 427-75

Лупа измерительная

ГОСТ 25706-83

Секундомер

ТУ 25-1819.0021-90  
ТУ 25-1824.003-90

Аспирационное устройство ПУ<sub>3</sub>-1Эп с номинальным расходом  $0,1—1,5 \text{ дм}^3/\text{мин}$

Печь, обеспечивающая нагрев до температуры не ниже  $270^\circ\text{C}$ .

Термопара любого типа, обеспечивающая измерение температуры в интервале от  $20$  до  $270^\circ\text{C}$



Термометр любого типа, обеспечивающий измерение температуры в интервале от 250 °С до 270 °С

Шкаф сушильный, обеспечивающий нагрев не ниже 200 °С

|                                                           |               |
|-----------------------------------------------------------|---------------|
| Цилиндр вместимостью 25 см <sup>3</sup>                   | ГОСТ 1770-74  |
| Колбы, исполнение 2, вместимостью 25 и 50 см <sup>3</sup> | ГОСТ 1770-74  |
| Чашка выпарительная                                       | ГОСТ 9146-80  |
| Пипетки вместимостью 1, 2, 5 и 10 см <sup>3</sup>         | ГОСТ 20292-74 |
| Воронки                                                   | ГОСТ 25336-82 |
| Шприц медицинский стеклянный                              | ГОСТ 22967-90 |

### 3.2 Реактивы и материалы

Готовый сорбент для заполнения хроматографической колонки хроматон N=AW с размером частиц 0,2—0,25 мм, пропитанный 5 % метилсиликонового эластомера SE-30

Полимерный сорбент для заполнения патрона-концентратора: Тенакс GC (поли-2,6-дифенил-п-фениленоксид) с размером частиц 0,150—0,18 мм

|                                                                    |                |
|--------------------------------------------------------------------|----------------|
| Стирол свежеперегнанный                                            | ТУ 6-09-399-78 |
| Спирт этиловый ректификованный технический                         | ГОСТ 18300-87  |
| Водород технический марки А и Б                                    | ГОСТ 3022-80   |
| Азот газообразный особой чистоты                                   | ГОСТ 9293-74   |
| Воздух для питания пневматических приборов и средств автоматизации | ГОСТ 11822-73  |

## 4. Метод определения

Измерение содержания стирола в атмосферном воздухе проводят методом газовой хроматографии с предварительным адсорбционным концентрированием на полимерном сорбенте с последующей термической десорбцией в линию газового хроматографа и регистрацией пика стирола с помощью пламенно-ионизационного детектора.

Определению не мешают обычно выделяющиеся из полистирольных материалов компоненты, а именно: изопентан; бензол, толуол, этилбензол, бензальдегид.

Продолжительность анализа, включая пробоподготовку, не более 60 мин.

Общие указания по проведению анализа по ГОСТу 27035-86.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже, указанных в настоящей методике.



Для приготовления градуировочных смесей допускается применение эталона с содержанием основного вещества не менее 99,8 %.

### 5. Требования безопасности

При выполнении газохроматографических измерений следует соблюдать правила безопасной работы на хроматографе, изложенные в инструкции по эксплуатации хроматографа, правила безопасной работы в химической лаборатории, правила безопасной работы с анализируемыми веществами и сосудами под давлением.

### 6. Требования к квалификации операторов

К выполнению газохроматографических измерений допускаются лица, имеющие квалификацию не ниже техника- или инженера-химика и прошедшие обучение хроматографическим методам анализа и работе с сосудами под давлением.

### 7. Условия выполнения измерений

|                                 |                                     |
|---------------------------------|-------------------------------------|
| Атмосферное давление            | 97—104 кПа<br>(730—780 мм рт. ст.). |
| Температура воздуха             | 283—308 °К<br>(10—35 °С).           |
| Относительная влажность воздуха | 30—80 %.                            |
| Напряжение питания электросети  | 220±22 В.                           |

Хроматографический анализ и градуировку проводят при следующих условиях:

|                                     |                          |
|-------------------------------------|--------------------------|
| температура испарителя              | 170 °С                   |
| температура детектора               | 170 °С                   |
| температура термостата колонок      | 70—100 °С                |
| объемный расход азота               | 30 см <sup>3</sup> /мин  |
| объемный расход водорода            | 40 см <sup>3</sup> /мин  |
| объемный расход воздуха             | 300 см <sup>3</sup> /мин |
| шкала записи хроматограмм           | 4—32                     |
| скорость протяжки диаграммной ленты | 1,5 см/мин               |

При температуре термостата колонок 100 °С время выхода стирола – 2 мин 50 сек.

### 8. Подготовка к выполнению измерений

Вывод хроматографа на рабочий режим проводят в соответствии с прилагаемой к прибору инструкцией.



### 8.1 Подготовка к заполнению колонок

Колонки последовательно промывают водой, ацетоном, этанолом и сушат в токе воздуха при комнатной температуре.

Необходимый для заполнения колонок объем сорбента, отмеренный цилиндром и помещенный в фарфоровую чашку, выдерживают в сушильном шкафу, периодически перемешивая, при температуре 80—100 °С в течение 40 мин и затем охлаждают на воздухе до температуры окружающей среды.

Колонку подсоединяют к аспирационному устройству и заполняют сорбентом в соответствии с ГОСТом 21533—76, уплотняя сорбент постукиванием или с помощью вибратора. Концы заполненной колонки закрывают стекловатой или стеклотканью. Колонку устанавливают в термостате хроматографа и, не присоединяя к детектору, продувают азотом с объемным расходом 30—40 см<sup>3</sup>/мин, повышая температуру от 70 до 100 °С со скоростью линейного нагрева 2 град/мин, от 100 до 200 °С со скоростью линейного нагрева 4 град/мин и выдержкой при температуре 200 °С в течение 30 мин (1 цикл). Далее колонку охлаждают до 70 °С и повторяют цикл нагрева. После десятого цикла повышают температуру колонки до 260 °С и выдерживают в течение 6 ч. После этого колонку присоединяют к детектору.

Колонку считают готовой к работе в случае отсутствия фоновых сигналов на хроматограмме, снятой при шкале записи хроматограммы 4 в рабочем режиме.

### 8.2 Подготовка патрона-концентратора

Патрон последовательно промывают водой, ацетоном, этанолом и сушат в токе воздуха при комнатной температуре. Затем выдерживают в сушильном шкафу при температуре 200 °С в течение 1 часа и охлаждают.

Необходимый для заполнения патрона объем тенакса, отмеренный цилиндром и помещенный в чашку, выдерживают в сушильном шкафу при температуре 100—120 °С в течение 40 мин и затем охлаждают на воздухе до температуры окружающей среды. Патрон заполняют тенаксом с помощью аспирационного устройства. Концы закрывают стекловатой. Один конец патрона присоединяют к трехходовому крану, который находится в положении 2 (рис. 2). На патрон надвигают печь, нагретую до температуры 250±5 °С, и продувают азотом с объемным расходом 30—40 см<sup>3</sup>/мин в течение 6 ч при отсоединенной колонке. После охлаждения патрон закрывают заглушками и маркируют.



Перед повторным употреблением патрон продувают без отсоединения колонки при тех же условиях, в течение 30 мин с последующим контролем чистоты фона.

### 8.3 Градуировка хроматографа

Градуировку хроматографа проводят методом абсолютной калибровки по градуировочным смесям, содержащим стирол в заданном диапазоне измерений.

Градуировочные смеси готовятся в стеклянных мерных колбах вместимостью 25 см<sup>3</sup>. В сосуд помещают около 15 см<sup>3</sup> гексана, взвешивают и медицинским шприцом вносят последовательно 20—50 мг свежеперегнанного стирола (методика пергонки изложена в приложении). Результаты взвешивания записывают в граммах с четырьмя десятичными знаками. Раствор доводят до метки гексаном.

Градуировочные смеси с массовой концентрацией определяемого компонента менее 0,6 мг/см<sup>3</sup> готовят в две стадии, применяя метод разбавления.

Для проверки чистоты сорбента в патроне его освобождают от заглушек. Один конец патрона подсоединяют к трехходовому крану, к другому концу подсоединяют иглу с помощью втулки с резьбой (рис. 1). Иглу через испаритель вводят в колонку. Трехходовой кран устанавливают в положение 1 (рис. 2). На патрон надвигают печь, нагретую до температуры  $250 \pm 5$  °С. Через 5 мин трехходовой кран устанавливают в положение 2 (рис. 2) и хроматографируют в режиме п. 7. После чего печь снимают, патрон охлаждают, трехходовой кран устанавливают в положение 1. Патрон считают годным к градуировке и проведению анализа в случае отсутствия фоновых сигналов на хроматограмме. При их наличии патрон повторно продувают азотом при температуре  $250 \pm 5$  °С в течение 30 мин с последующим контролем чистоты фона.

После этого 0,2—1,0 мм<sup>3</sup> калибровочной смеси вводят в конец патрона. К этому концу подсоединяют иглу. Иглу через испаритель хроматографа вводят в колонку. Вторым концом патрона присоединяют к переключателю потока, установленному в положение 1. На патрон надвигают печь, нагретую до температуры  $250 \pm 5$  °С. Через 5 мин трехходовой кран устанавливают в положение 2 и хроматографируют в режиме п. 7; после чего трехходовой кран устанавливают в положение 1.

Площадь пика вычисляют как произведение высоты на ширину, измеренную на середине высоты, либо определяют с помощью электронного интегратора.



Значение площади пика, соответствующее массе компонента в пробе, введенной в патрон при градуировке, определяют как среднее арифметическое из 5-ти параллельных определений.

По полученным данным строят калибровочный график зависимости площади пика ( $\text{мм}^2$ ) от массы ( $\text{мг}$ ).

Массу компонента ( $m$ ) в  $\text{мг}$  вычисляют по формуле:

$$m = k \cdot V, \text{ где}$$

$k$  – массовая концентрация стирола в градуировочной смеси,  $\text{мг}/\text{см}^3$ ;

$V$  – объем градуировочной смеси, введенной в патрон,  $\text{см}^3$

Градуировку хроматографа проводят не реже, чем 1 раз в год, а также при смене насадок в колонке и патроне и изменении условий хроматографического определения. Стабильность калибровочных характеристик определяют по ГОСТу 8.485-83.

#### 8.4. Отбор проб

Через патрон, проверенный на отсутствие фоновых сигналов, с помощью аспирационного устройства прокачивают  $24 \text{ дм}^3$  пробы с объемным расходом  $0,1 \text{ дм}^3/\text{мин}$ .

Затем патрон герметизируют заглушками.

Срок хранения проб – 10 дней при комнатной температуре.

### 9. Выполнение измерений

Патрон освобождают от заглушек. Конец патрона, который был подсоединен к аспирационному устройству, подсоединяют к переключателю потоков, установленному в положение 1. Ко второму концу патрона подсоединяют иглу, которую вводят в испаритель хроматографа. На патрон надвигают печь, нагретую до температуры  $250 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ . Через 5 мин трехходовой кран устанавливают в положение 2 и выполняют измерение в соответствии с п. 7.

### 10. Обработка результатов измерений

Массовую концентрацию определяемого компонента ( $C_i$ ) в  $\text{мг}/\text{м}^3$  вычисляют по формуле:

$$C_i = \frac{A_i \cdot 1000}{V_h}, \text{ где}$$

$A_i$  – масса компонента в анализируемой пробе, определяемая по калибровочному графику,  $\text{мг}$ ;



$V_n$  – объем анализируемой пробы воздуха,  $\text{дм}^3$ , приведенный к нормальным условиям.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемого расхождения, равного  $\pm 20,0 \%$ .

Результаты измерений представляют в виде указания массовой концентрации стирола (в %) и суммарной погрешности при доверительной вероятности 0,95.

#### **11. Контроль погрешности методики выполнения измерений**

Оперативный контроль сходимости результатов измерений проводят путем сравнения расхождения между результатами двух параллельных определений с нормативом контроля сходимости ( $d$ ) при доверительной вероятности 0,95.

Контроль правильности измерений проводят в соответствии с МИ-640-84 по доверительной границе погрешности построения градуировочного графика ( $\delta_{гр}$ ). Если экспериментально полученное значение не превышает суммарной погрешности, включающей погрешность градуировки и погрешности от влияющих факторов  $\delta_x$ , то результаты проведенных измерений признают достоверными, а хроматограф можно не переградуировать.

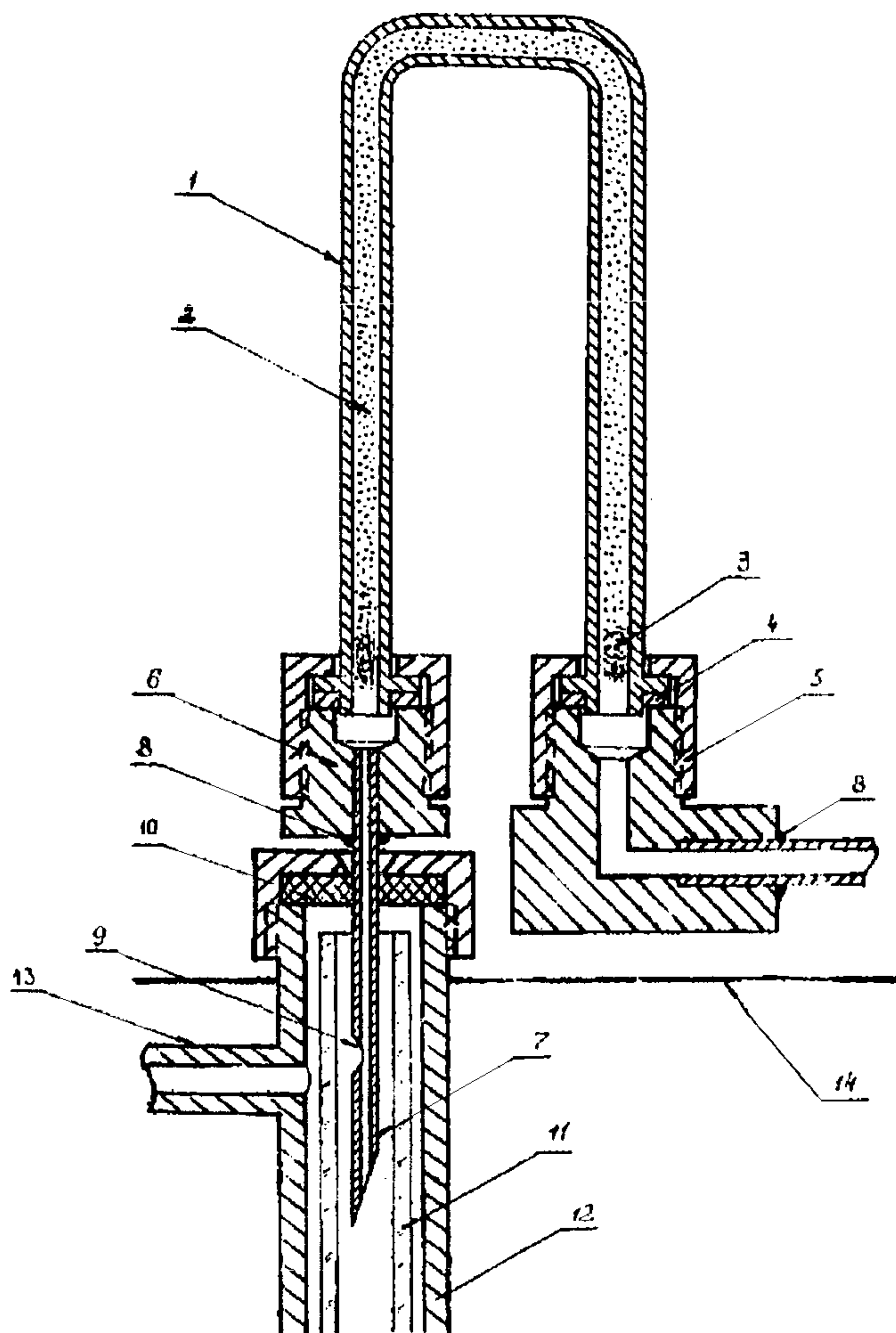


*Методика перегонки стирола*

Собирают перегонную установку, состоящую из круглодонной колбы на 100 см<sup>3</sup>, насадки Вюрца, термометра, холодильника Либиха с алонжем, дефлегматора и приемной колбы. Стирол заливают в круглодонную колбу в количестве 20 см<sup>3</sup> и отгоняют на глицериновой бане с температурой 170 °С, отбирая фракцию чистого стирола при температуре 145 °С.

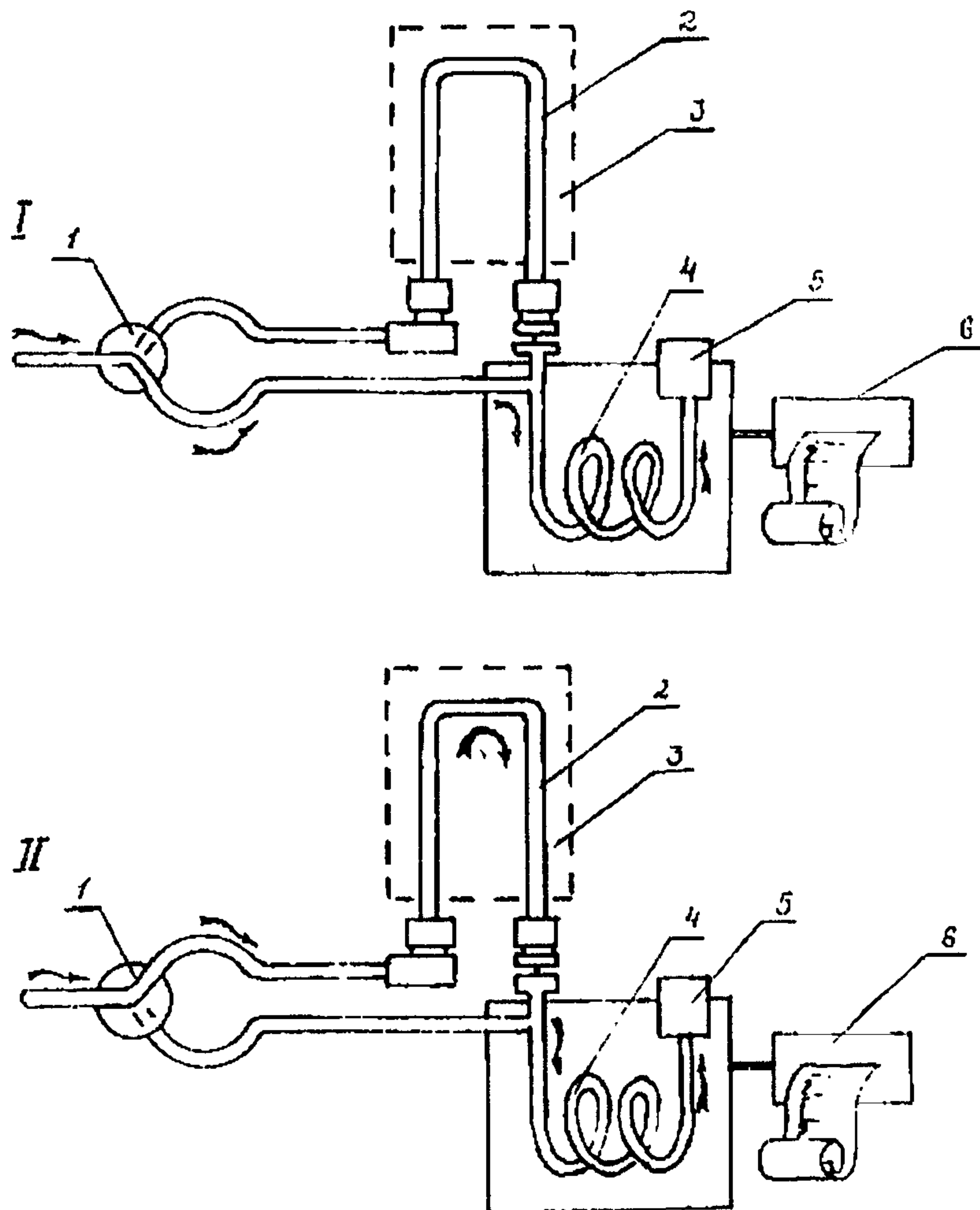
*Методические указания разработаны Подуновой Л. Г., Калинин Т. В., Двоскиным Я. Г., Зельвенским В. Ю. (Российский информационно-аналитический центр Госкомсанэпиднадзора России).*





**Рис. 1.** 1 – трубка (нерж сталь, внеш. = 4 мм, внутр = 3 мм; длина = 160 мм), 2 – сорбент (тенакс), 3 – стекловата, 4 – прокладка (алюминий, толщ = 1 мм), 5 – накидная гайка (М12 х 1,5), 6 – штуцер, 7 – инъекционная игла по ГОСТу 25377-82 0,8 х 60С, 8 – место пайки, 9 – боковое отверстие иглы, 10 – прокладка (высокотемпературная силиконовая резина, толщ = 3 мм), 11 – колонка стеклянная, 12 – ин-жектор, 13 – газовая линия (N<sub>2</sub>), 14 – верхняя панель хроматографа





**Рис. 2.** 1 - переключатель потока, 2 - патрон-концентратор, 3 - печь, 4 - колонка хроматографа, 5 - детектор, 6 - самописец.



**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.**

**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**