

4.1.612-96

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

39 1

УТВЕРЖДНО

Первым заместителем Председателя
Госкомсанэпиднадзора России – за-
местителем Главного государствен-
ного санитарного врача Российской
Федерации
31 октября 1996 г.
МУК 4.1.617—96
Дата введения – с момента утвер-
ждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методические указания по газохроматографическому определению ксиленолов, крезолов и фенола

в атмосферном воздухе

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

Таблица 1

| Название (синонимы) | Эмпирическая формула | Структурная формула |
|--|---------------------------------|---------------------|
| Фенол (оксибензог; карболовая кислота) | C ₆ H ₅ O | |

Издание официальное Настоящие методические указания не
могут быть полностью или частично
востановлены, тиражированы и расп-
ространены без разрешения Департамента
госсанэпиднадзора Минздрава России.

Продолжение таблицы 1

| Название (синонимы) | Эмпирическая формула | Структурная формула |
|--|----------------------------------|---------------------|
| о-Крезол (2-метилфенол; орто-окситолуол) | C ₇ H ₈ O | |
| м-Крезол (3-метилфенол; мета-окситолуол) | C ₇ H ₈ O | |
| п-Крезол (4-метилфенол; пара-окситолуол) | C ₇ H ₈ O | |
| 2,3-Ксиленол (2,3-диметилфенол; вил-о-ксиленол; 3-окси-о-ксиленол) | C ₈ H ₁₀ O | |
| 2,4-Ксиленол (2,4-диметилфенол; несим-м-ксиленол; 4-окси-м-ксиленол) | C ₈ H ₁₀ O | |
| 2,5-Ксиленол (2,5-диметилфенол; п-ксиленол; окси-п-ксиленол) | C ₈ H ₁₀ O | |
| 3,4-Ксиленол (3,4-диметилфенол; несим-о-ксиленол; 4-окси-о-ксиленол) | C ₈ H ₁₀ O | |

Физические свойства фенола, крезолов, ксиленолов

| Название | Молекулярная масса | Внешний вид | Температура плавления (°C) | Кипения |
|--------------|--------------------|-------------|----------------------------|---------------|
| Фенол | 94,12 | бд. иглы | 41,0 | 182,0 |
| о-Крезол | 103,14 | бд. крист. | 30,9 | 190,9 |
| м-Крезол | 108,14 | бд. ж. | 10,9 | 202,8 |
| п-Крезол | 108,14 | бд. пр. | 34,0 | 202,5 |
| 2,3-Ксиленол | 122,17 | бд. иглы | 73,5 | 218,0 |
| 2,4-Ксиленол | 122,17 | бд. иглы | 27,0 | 211,0 |
| 2,5-Ксиленол | 122,17 | бд. иглы | 75,0 | 211,0 (возр.) |
| 2,6-Ксиленол | 122,17 | бд. иглы | 49,0 | 212,0 |
| 3,4-Ксиленол | 122,17 | бд. иглы | 62,5 | 226,0 |
| 3,5-Ксиленол | 122,17 | бд. иглы | 65,0 | 219,5 (возр.) |

Примечание.

Сокращения в табл. 2: бд. – бесцветный, 6032. – 60320няется, жс. – жидкость, крист. – кристаллы, пр. – призмы.

Продолжение таблицы 1

| Название (синонимы) | Эмпирическая формула | Структурная формула |
|---|----------------------------------|---------------------|
| 3,5-Ксиленол (3,5-диметилфенол; стак-м-ксиленол; 5-окси-м-ксиленол) | C ₈ H ₁₀ O | |

Таблица 2

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 ¹⁰ | | | р. хлф, бзл, ацетоне |
| м-Крезол | 2,4 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. | р. хлф, ацетоне |
| 3,5-Ксиленол | т. р. | р. | р. | р. хлф, ацетоне |

Примечания.

1. Индекс *стара* перед означает температуру (°C), для которой приводится данное значение.

2. Условные обозначения и сокращения: *р.* – растворяется во всех соотношениях; *бзл.* – бензол; *глиц.* – глицерин; *хлф.* – хлороформ; *гор.* – горючий; *л. р.* – легко растворяется, *т. р.* – трудно растворяется.

Фенол, крезолы, ксиленолы обладают кожно-резорбтивным действием.

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

1. Погрешность измерений

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

2. Метод измерений

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

Нижний предел измерения в объеме пробы – 5 мг. Определению не мешают: гексан, гептан, бензол, толуол, ксиол, 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

Аспирационное устройство, модель 822, либо иное, позволяющее произвести отбор проб со скоростью 15 дм³/мин

Барометр мембранный метеорологический

Весы лабораторные аналитические 2-го класса точности

Воронки делительные емкостью 25 см³

Колбы мерные емкостью 100, 1000 см³

Линейка измерительная с ценой деления 1 мм

Лупа измерительная

Меры массы

Микроприц «Газохром 101»

Пипетки объемом 0,2; 1; 5; 10 см³

Посуда лабораторная стеклянная

Секундомер СДС, пр-1-2-000

Термометр метеорологический ТМ-1

3.2. Вспомогательные устройства

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

Аквадистиллятор

Вакумная установка УК40-20М, либо иная с близкими техническими характеристиками

Поглотительные приборы, разработанные ВНИИ

биологического приборостроения (рис. 1)

Редуктор баллонный ДКП-1-65

ГОСТ 9293-74
ГОСТ 11882-73
ГОСТ 3022-89

ГОСТ 13861-80

3.3. Материалы

Азот в баллоне

Воздух в баллоне

Водород в баллоне

Стекловата обезжиренная

3.4. Реактивы

Вода дистилированная

Гексан, ч.

Диметилхлорсилан, ч.

Метиленхлористый, х. ч.

o-Крезол, ч.

m-Крезол, ч.

п-Крезол, ч.

2,3-Ксиленол, ч.

2,4-Ксиленол, ч.

2,5-Ксиленол, ч.

2,6-Ксиленол, ч.

3,4-Ксиленол, ч.

3,5-Ксиленол, ч.

Натрий углекислый, х. ч.

2-Нафтол, ч. д. а.

Уксусный ангидрид, ч. д. а.

Фенол, ч. д. а.

Насадка для заполнения колонки 15 % SE-30 на хроматроне N-AW, 0,16—0,20 мм (готовая)

Этанол

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.

- не более 80 % при температуре 25 °C;

- выполнение измерений на газовом хроматографе проводят в условиях, рекомендуемых технической документацией к прибору.

7. Подготовка к выполнению измерений

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

7.1. Подготовка посуды и хроматографической колонки

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

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

Заполнение и кондиционирование хроматографической колонки. Один конец хроматографической колонки закрывают тампоном из стекловаты размером 3—4 мм и плотно прижимают к вакуумной установке. К другому концу колонки присоединяют воронку и после включения вакуумной установки в колонку засыпают небольшими порциями насадку, ложиваясь 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 см³/мин при комнатной температуре в течение 1 ч. Затем температуру терmostата 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 терmostата 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 терmostат колонки со скоростью 3 °С/мин, выводят хроматограф на рабочий режим. В диапазоне измерения входного тока электрометра 0—2 x 10⁻¹⁰ А регистрируют фоновый сигнал. Дрейф нулевой линии не должен превышать 5 % сигнала самописца за 1 ч. В противном случае отсекают детекторный конец колонки и продолжают кондиционирование колонки.

7.2. Приготовление растворов

Диметихлорсилан. 2 % раствор в гексане готовят растворением 2,0 см³ диметихлорсилана в 100 см³ гексана.

Раствор натрия углекислого с концентрацией 0,045 г/см³ готовят растворением 45,0 г натрия углекислого в дистиллированной воде в мерной колбе объемом 1000 см³.

Исходный стандартный раствор фенола с концентрацией 0,5 мг/см³ готовят растворением 50,0 мг фенола в этаноле в мерной колбе объемом 100 см³.

Исходный стандартный раствор крезолов с концентрацией каждого изомера 0,5 мг/см³ готовят растворением навесок по 50 мг орто-, мета- и пара-крезолов в этаноле в мерной колбе объемом 100 см³.

Исходный стандартный раствор 2,6-ксиленола с концентрацией 1,0 мг/см³ готовят растворением 100 мг 2,6-ксиленола в этаноле в мерной колбе объемом 100 см³.

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/см³ готовят растворением навесок по 20,0 мг каждого вещества в этаноле в мерной колбе объемом 100 см³.

Исходный стандартный раствор 2-нафтола (бензогидрин стандарта) с концентрацией 0,8 мг/см³ готовят растворением 80 мг 2-нафтола в этаноле в мерной колбе объемом 100 см³.

Рабочий стандартный раствор фенола с концентрацией 1,5 x 10⁻² мг/см³ готовят разбавлением 3,0 см³ исходного стандартного раствора фенола раствором натрия углекислого в мерной колбе объемом 100 см³.

Рабочий стандартный раствор крезолов с концентрацией каждого изомера 2,5 x 10⁻³ мг/см³ готовят разбавлением 0,5 см³ исходного стандартного раствора крезолов раствором натрия углекислого в мерной колбе объемом 100 см³.

Рабочий стандартный раствор 2,6-ксиленола с концентрацией 3 x 10⁻² мг/см³ готовят разбавлением 3 см³ исходного стандартного раствора 2,6-ксиленола раствором натрия углекислого в мерной колбе объемом 100 см³.

Рабочий стандартный раствор изомеров ксиленолов, содержащий следующие изомеры: 2,3-, 2,4-, 2,5-, 3,4-, 3,5-ксиленолы, с концентрацией каждого изомера 6 x 10⁻³ мг/см³ готовят разбавлением 3,0 см³ исходного стандартного раствора ксиленолов раствором натрия углекислого в мерной колбе объемом 100 см³.

Рабочий стандартный раствор 2-нафтола с концентрацией 4 x 10⁻² мг/см³ готовят разбавлением 5,0 см³ исходного стандартного раствора 2-нафтола раствором натрия углекислого в мерной колбе объемом 100 см³.

Погодоустойчивый раствор № 1 с концентрацией 2-нафтола 4 x 10⁻⁴ мг/см³ готовят разбавлением 1,0 см³ рабочего стан-

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

Поглотительный раствор № 2 с концентрацией 2-нафтола

$1,6 \times 10^{-4}$ мг/см³ готовят разбавлением 4,0 см³ рабочего стандартного раствора 2-нафтола с концентрацией 4×10^{-2} мг/см³ раствором натрия углекислого в мерной колбе объемом 100 см³.

Стандартные и поглотительные растворы следует хранить в герметично 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 градуировочных характеристиками

Градуировочную характеристику устанавливают с использованием калибровочных коэффициентов на градуировочных растворах.

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

Таблица 4

Градуировочные растворы фенола

| Номер градуировочного раствора | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|--|------|-----|-----|------|------|------|
| Объем рабочего стандартного раствора (1,5 × 10 ⁻² мг/см ³), см ³ | 0,5 | 1,0 | 2,0 | 2,0 | 5,0 | 10,0 |
| Объем рабочего стандартного раствора (4 × 10 ⁻² мг/см ³), см ³ | 1,0 | 1,0 | 1,0 | 4,0 | 4,0 | 4,0 |
| Конечная концентрация фенола, 10 ⁻² 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 |

Градуировочные растворы крезолов

| 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 ⁻² 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 | 3,2 | 3,2 | 3,2 | 3,2 |

Таблица 6

Градуировочные растворы 2,6-ксиленола

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

Таблица 7

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

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

Неодустимо полное удаление растворителя!

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

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

вычисляют относительный калибровочный коэффициент K_i по формуле:

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

S_i, S_{st} – площади пиков анализируемого вещества и внутреннего стандарта соответственно; m_i, m_{st} – количество анализируемого вещества и внутреннего стандарта в пробе соответственно.

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

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

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

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

n – количество вычисленных значений K_i для данного вещества.

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

Анализ градуировочных растворов проводят в следующих условиях:

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

диапазон входного сигнала электрометрического
скорость движения диаграммной ленты

0—4 $\times 10^{-11}$ А
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 трубы поглотительных приборов, каждый из которых содержит по 10 см³ поглотительного раствора № 1. Если концентрация фенола в анализируемом воздухе превышает 2×10^{-2} мг/м³ и (или) концентрация 2,6-ксиленола превышает 4×10^{-2} мг/м³, используют поглотительный раствор № 2.

Для определения максимальной разовой концентрации анализируемый воздух аспирируют через поглотительные приборы со скоростью 15 дм³/мин в течение 20 мин. Затем содержимое двух поглотительных приборов объединяют.

Пробы можно хранить в холодильнике в тщательно закупоренной силиконизированной посуде при температуре +4—+10 °С не более 5-ти суток.

8. Выполнение измерений

Отобранную пробу помещают в делительную воронку, вносят 0,4 см³ уксусного ангирида и содержимое воронки интенсивно встряхивают в течение 4 мин. Ацетаты экстрагируют дважды хлористым магнезием порциями по 2 см³. Объединенные экстракты упаривают в токе азота до объема 0,01—0,02 см³ анализируемого раствора. Для каждого из

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

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

Q — количество внутреннего стандарта в пробе, мг;

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

K_i — относительный калибровочный коэффициент для данного вещества,

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

9. Вычисление результатов измерений

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

$$C = \frac{M}{V_0}, \text{ где}$$

M — масса вещества в пробе, мг;
 V_0 — объем пробы воздуха, приведенный к нормальным условиям, м³;

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

V_t — объем отобранный пробы воздуха, м³;

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

t — температура воздуха в местах отбора, °С.

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