

**4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ**

**Определение концентраций загрязняющих  
веществ в атмосферном воздухе**

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

*Издание официальное*

**Минздрав России  
Москва • 1997**

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

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

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

**ББК 51.21я8  
М54**

**М54 Определение концентраций загрязняющих веществ  
в атмосферном воздухе: Сборник методических указаний.—М.: Информационно-издательский центр  
Минздрава России, 1997.—454 с.**

**ISBN 5—7508—0102—0**

1. Подготовлены творческим коллективом специалистов в составе: Малышева А. Г. (руководитель), Зиновьева Н. П., Суворова Ю. Б., Растянников Е. Г., Топорова И. Н., Евстигнеева М. А., Жаворонкова Н. А. (НИИ экологии человека и гигиены окружающей среды им. А. Н. Сысина РАМН), при участии Кучеренко А. И. (Госкомсанэпиднадзор России).

2. Утверждены и введены в действие Первым заместителем Председателя Госкомсанэпиднадзора России - заместителем Главного государственного врача Российской Федерации Семеновым С. В. 31 октября 1996 года.

3. Введены впервые.

**ББК 51.21я8**

**ISBN 5—7508—0102—0**

© Информационно-издательский  
центр Минздрава России

## Содержание

Область применения . . . . .	6
Методические указания по газохроматографическому определению адамонтана в атмосферном воздухе. МУК 4.1.591—96 . . . . .	8
Методические указания по газохроматографическому определению 2-аллилоксиэтилового спирта в атмосферном воздухе. МУК 4.1.592—96 . . . . .	14
Методические указания по определению аминоксислотной ксис- лоты в атмосферном воздухе потенциометрическим титрованием. МУК 4.1.593—96 . . . . .	22
Методические указания по высокоэффективному жидкостному хрома- тографическому определению D(-)- $\alpha$ -аминоксислотной ксислоты. МУК 4.1.594—96 . . . . .	29
Методические указания по определению 2-аминоэтилсерной ксис- лоты в атмосферном воздухе методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.595—96 . . . . .	35
Методические указания по фотометрическому определению солей аммо- ния сернокислого и аммония надсернокислого в атмосферном воздухе по иону аммония. МУК 4.1.596—96 . . . . .	41
Методические указания по газохроматографическому определению анилина, N-метиланилина, N,N-диметиланилина, O-толуидина, N-этил- анилина, N,N-диэтиланилина, N-этил-O-толуидина, N,N-диэтил-M- толуидина в атмосферном воздухе. МУК 4.1.597—96 . . . . .	47
Методические указания по газохроматографическому определению аро- матических, серосодержащих, галогеносодержащих веществ, метанола, ацетона и ацетонитрила в атмосферном воздухе. МУК 4.1.598—96 . . . . .	58
Методические указания по газохроматографическому определению ацетальдегида в атмосферном воздухе. МУК 4.1.599—96 . . . . .	72
Методические указания по газохроматографическому определению ацетона, метанола и изопропанола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.600—96 . . . . .	79
Методические указания по газохроматографическому определению ацетоуксисного эфира в атмосферном воздухе. МУК 4.1.601—96 . . . . .	87
Методические указания по газохроматографическому определению бензола П (2-/2'-гидрокси-5'-метилфенил/бензтриазол) в атмос- ферном воздухе. МУК 4.1.602—96 . . . . .	94
Методические указания по газохроматографическому определению бензилацетата в атмосферном воздухе. МУК 4.1.603—96 . . . . .	100
Методические указания по газохроматографическому определению бензилбензоата в атмосферном воздухе. МУК 4.1.604—96 . . . . .	106
Методические указания по фотометрическому определению п-бен- зохинона в атмосферном воздухе. МУК 4.1.605—96 . . . . .	112
Методические указания по газохроматографическому определению 1-бром- нафталина в атмосферном воздухе. МУК 4.1.606—96 . . . . .	117
Методические указания по определению винилхлорида в атмосферном воздухе методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.607—96 . . . . .	123

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

Методические указания по определению гидрохинона в атмосферном воздухе методом тонкослойной хроматографии. МУК 4.1.608—96 . . . . .	143
Методические указания по газохроматографическому определению дивинилбензола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.609—96 . . . . .	149
Методические указания по газохроматографическому определению диметилизофталата в атмосферном воздухе. МУК 4.1.610—96 . . . . .	155
Методические указания по газохроматографическому определению диметилфталата в атмосферном воздухе. МУК 4.1.611—96 . . . . .	161
Методические указания по газохроматографическому определению диэтилбензола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.612—96 . . . . .	168
Методические указания по газохроматографическому определению диэтиленгликоля в атмосферном воздухе. МУК 4.1.613—96 . . . . .	174
Методические указания по определению диэтилфталата в атмосферном воздухе методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.614—96 . . . . .	181
Методические указания по пламенно-фотометрическому определению калия хлорида в атмосферном воздухе. МУК 4.1.615—96 . . . . .	187
Методические указания по газохроматографическому определению одноосновных карбоновых кислот в атмосферном воздухе. МУК 4.1.616—96 . . . . .	192
Методические указания по газохроматографическому определению ксиленолов, крезолов и фенола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.617—96 . . . . .	201
Методические указания по хромато-масс-спектрометрическому определению летучих органических веществ в атмосферном воздухе. МУК 4.1.618—96 . . . . .	217
Методические указания по газохроматографическому определению меркаптанов (метил-, этил-, пропил-, бутил-меркаптанов) в атмосферном воздухе. МУК 4.1.619—96 . . . . .	229
Методические указания по газохроматографическому определению метилакрилата в атмосферном воздухе. МУК 4.1.620—96 . . . . .	238
Методические указания по газохроматографическому определению метилала в атмосферном воздухе. МУК 4.1.621—96 . . . . .	244
Методические указания по газохроматографическому определению метиламина в атмосферном воздухе. МУК 4.1.622—96 . . . . .	250
Методические указания по газохроматографическому определению метил- и этилмеркаптанов в атмосферном воздухе. МУК 4.1.623—96 . . . . .	258
Методические указания по газохроматографическому определению метилового и этилового спиртов в атмосферном воздухе. МУК 4.1.624—96 . . . . .	267
Методические указания по газохроматографическому определению метилового эфира дихлоруксусной кислоты в атмосферном воздухе. МУК 4.1.625—96 . . . . .	275
Методические указания по газохроматографическому определению метилголулата в атмосферном воздухе. МУК 4.1.626—96 . . . . .	282
Методические указания по газохроматографическому определению метилформиата в атмосферном воздухе. МУК 4.1.627—96 . . . . .	290

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

Методические указания по фотоколориметрическому определению 2-нафтола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.628—96 . . . . .	297
Методические указания по фотоколориметрическому определению нитрилов (C10—C16) в атмосферном воздухе. МУК 4.1.629—96 . . . . .	303
Методические указания по определению о-нитроанилина в атмосферном воздухе методом тонкослойной хроматографии. МУК 4.1.630—96 . . . . .	309
Методические указания по высокоэффективному жидкостному хроматографическому определению нитробензола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.631—96 . . . . .	316
Методические указания по газохроматографическому определению пропилбензола, этилтолуолов, псевдокумола и нафталина в атмосферном воздухе. МУК 4.1.632—96 . . . . .	321
Методические указания по газохроматографическому определению псевдокумола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.633—96 . . . . .	330
Методические указания по определению ремантадина в атмосферном воздухе методом тонкослойной хроматографии. МУК 4.1.634—96 . . . . .	339
Методические указания по газохроматографическому определению терефталевой кислоты в атмосферном воздухе. МУК 4.1.635—96 . . . . .	346
Методические указания по определению тиомочевины в атмосферном воздухе методом тонкослойной хроматографии. МУК 4.1.636—96 . . . . .	354
Методические указания по газохроматографическому определению толуола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.637—96 . . . . .	360
Методические указания по газохроматографическому определению уксусной кислоты в атмосферном воздухе. МУК 4.1.638—96 . . . . .	366
Методические указания по фотоколориметрическому определению фурфурола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.639—96 . . . . .	372
Методические указания по газохроматографическому определению фурфурола и метилфурфурола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.640—96 . . . . .	378
Методические указания по определению хлорамина ХБ в атмосферном воздухе методом тонкослойной хроматографии. МУК 4.1.641—96 . . . . .	385
Методические указания по газохроматографическому определению хлорангидрида $\beta$ -ацетилмеркаптопропионовой кислоты в атмосферном воздухе. МУК 4.1.642—96 . . . . .	392
Методические указания по ионохроматографическому определению хлора, брома, хлороводорода и бромоводорода в атмосферном воздухе. МУК 4.1.643—96 . . . . .	399
Методические указания по газохроматографическому определению п-хлорфенола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.644—96 . . . . .	408
Методические указания по газохроматографическому определению хлористого аллила в атмосферном воздухе. МУК 4.1.645—96 . . . . .	415
Методические указания по определению массовой концентрации стирола в атмосферном воздухе методом газовой хроматографии. МУК 4.1.662—97 . . . . .	421
Методические указания по измерению концентрации волокон асбеста в атмосферном воздухе населенных мест. МУК 4.1.666—97 . . . . .	432

**УТВЕРЖДАЮ**

Первый заместитель Председателя  
Госкомсанэпиднадзора России – за-  
меститель Главного государственного  
санитарного врача Российской  
Федерации

**С. В. Семенов**

**31 октября 1996 г.**

Дата введения – с момента утвер-  
ждения

**Определение концентраций загрязняющих  
веществ в атмосферном воздухе**

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

---

**Область применения**

Методические указания по определению концентраций загрязняющих веществ в атмосферном воздухе предназначены для использования в системе госсанэпиднадзора России, при проведении аналитического контроля ведомственными лабораториями предприятий, а также научно-исследовательских институтов, работающих в области гигиены окружающей среды. Методические указания разработаны с целью обеспечения контроля соответствия уровня содержания загрязняющих веществ их гигиеническим нормам – предельно допустимым концентрациям (ПДК) и ориентировочно безопасным уровням

---

**Издание официальное**

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

воздействия (ОБУВ) – и являются обязательными при осуществлении аналитического контроля атмосферного воздуха.

Включенные в сборник методические указания разработаны в соответствии с требованиями ГОСТов 8.010—90 «Методики выполнения измерений», 17.2.4.02—81 «Охрана природы. Атмосфера. Общие требования к методам определения загрязняющих веществ», 17.0.02—79 «Охрана природы. Метрологическое обеспечение контроля загрязненности атмосферы, поверхностных вод и почвы. Основные положения», Р1.5—92 (пункты 7.3). Все методики анализа метрологически аттестованы и обеспечивают определение веществ с нижним пределом обнаружения не выше 0,8 ПДК<sub>м.р.</sub> и суммарной погрешностью, не превышающей 25 %, с отбором пробы воздуха в течение 20—30 мин при определении максимальной разовой концентрации или круглосуточном отборе пробы при определении среднесуточной концентрации.

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

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



## УТВЕРЖДЕНО

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

31 октября 1996 г.

МУК 4.1.596—96

Дата введения – с момента утвер-  
ждения

## 4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Методические указания по фотометрическому  
определению солей аммония сернокислового и  
аммония надсернокислового в атмосферном  
воздухе по иону аммония**

Настоящие методические указания устанавливают фото-  
метрическую методику количественного химического анализа  
атмосферного воздуха для определения в нем содержания солей  
аммония сернокислового и аммония надсернокислового в диапазоне  
концентраций 0,03—0,70 мг/м<sup>3</sup> для аммония сернокислового и  
0,01—0,10 мг/м<sup>3</sup> для аммония надсернокислового.

(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

Мол. масса 132,15

Аммоний сернокислый (сульфат аммония) – белое  
кристаллическое вещество, плотность – 1,769 г/см<sup>3</sup>, хорошо  
растворим в воде. В воздухе находится в виде аэрозоля.

Аммоний сернокислый относится к малотоксичным веществ-  
ам, вызывает кожно-раздражающее и кожно-резорбтивное  
действие. ПДКм.р. аммония сернокислового в атмосферном  
воздухе населенных мест – 0,2 мг/м<sup>3</sup>.

Издание официальное

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

Аммоний надсернокислый (персульфат аммония) – белое или слегка зеленоватое кристаллическое вещество, плотность – 1,982 г/см<sup>3</sup>, хорошо растворяется в воде, под действием влаги постепенно разлагается. В воздухе находится в виде аэрозоля.

Аммоний надсернокислый относится к умеренно токсичным веществам, вызывает кожно-раздражающее и кожно-резорбтивное действие. ПДКм.р. аммония надсернокислового в атмосферном воздухе населенных мест – 0,06 мг/м<sup>3</sup>.

### 1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей ±16 %, при доверительной вероятности 0,95.

### 2. Метод измерений

Измерение концентраций аммония сернокислового и аммония надсернокислового выполняют фотометрированием окрашенного комплекса иона аммония, образованного при взаимодействии с реактивом Несслера. Концентрирование аммония сернокислового и аммония надсернокислового из воздуха осуществляют на фильтры. Десорбцию веществ с фильтра проводят дистиллированной водой.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы – 1,0 мкг.

Определению не мешают: железо, цинк, никель, лантан, иттрий, свинец, магний, кальций, барий, титан, цирконий, калий, натрий, алюминий, сульфаты, хлориды, нитраты. Определению мешают: аммониевые соли, сероводород, альдегиды. При совместном присутствии солей аммония сернокислового и надсернокислового определяется их суммарное содержание.

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

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы.

#### 3.1. Средства измерений

Фотоэлектроколориметр КФК-2 или любой другой

ГОСТ 15150-78

Барометр	ГОСТ 11582-79
Весы аналитические 2-го класса точности	ГОСТ 24104-80
Меры массы	ГОСТ 7328-82Е
Посуда стеклянная лабораторная	ГОСТ 1770-74Е и 20292-74Е
Секундомер	ГОСТ 507-79
Термометр лабораторный, цена деления 1 °С	ГОСТ 215-73
Электроаспиратор модель 822	ТУ 64-1-862-77

### 3.2. Вспомогательные устройства

Воронка В-36-8-ХУ-1	ГОСТ 25336-82
Дистиллятор	ТУ 61-1-721-79
Сушильный шкаф	ГОСТ 13474-79
Фильтродержатель плексигласовый или металлический	

### 3.3. Материалы

Фильтры аэрозольные типа АФА или обеззоленные «Синяя лента»	ТУ 6-09-1678-77
---	-----------------

### 3.4. Реактивы

Аммоний хлористый, х. ч.	ГОСТ 3778-77
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72
Калий-натрий виннокислый, о. с. ч.	ТУ 6-09-2677-73
Реактив Несслера, ч. д. а.	МРТУ 6-09-2089-77

## 4. Требования безопасности

4.1. При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими и легко воспламеняющимися веществами по ГОСТу 12.1005-88.

4.2. При выполнении измерений с использованием фотокolorиметра 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 лаборанта-химика.

## 6. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

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

## 7. Подготовка к выполнению измерений

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

### 7.1. Приготовление растворов

*Исходный раствор аммония хлористого для градуировки ( $c = 0,1 \text{ мг/см}^3$ ).*

0,2965 г аммония хлористого, предварительно высушенного до постоянной массы при  $100\text{—}105^\circ\text{C}$ , растворяют в дистиллированной воде. Раствор переносят в колбу вместимостью  $1 \text{ дм}^3$  и доводят объем раствора водой до метки.

*Рабочий раствор аммония хлористого для градуировки ( $c = 1,0 \text{ мкг/см}^3$ ).*

$5 \text{ см}^3$  исходного раствора помещают в мерную колбу вместимостью  $500 \text{ см}^3$ , доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор используют свежеприготовленный.

*Калий-натрий виннокислый 20 % раствор.*

20 г калий-натрий виннокислого растворяют в  $80 \text{ см}^3$  дистиллированной воды, тщательно перемешивают.

### 7.2. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость оптической плотности от массы аммония, устанавливают по 5-ти сериям растворов для градуировки. Каждая серия состоит из 8-и растворов. Растворы готовят в колбах вместимостью  $25 \text{ см}^3$  в соответствии с табл. 1.

Таблица 1

**Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентрации аммония в пересчете на аммоний сернистый и аммоний надсернистый**

Номер раствора для градуировки	1	2	3	4	5	6	7	8
Объем рабочего раствора (с = 1,0 мкг/см <sup>3</sup> ), см <sup>3</sup>	0	1	2	3	4	6	8	10
Объем дистиллированной воды, см <sup>3</sup>	20	19	18	17	16	14	12	10
Содержание аммония, мкг	0	1	2	3	4	6	8	10

Во все колбы прибавляют 1,0 см<sup>3</sup> 20 % раствора калий-натрий виннокислого, 0,5 см<sup>3</sup> реактива Несслера и доводят объем до метки дистиллированной водой. Растворы в колбах перемешивают и через 5 мин измеряют оптическую плотность в кюветах с расстоянием между рабочими гранями 30 мм при длине волны 390—440 нм относительно воды.

Градуировочную характеристику устанавливают на средних значениях оптической плотности, вычисленных из результатов измерений 5-ти серий растворов для градуировки. Проверку градуировочной характеристики проводят 1 раз в квартал и при смене партии реактивов.

### 7.3. Отбор проб

Отбор проб воздуха проводят согласно ГОСТу 17.2.3.01-86. Воздух со скоростью 20 дм<sup>3</sup>/мин аспирируют через фильтр в течение 10—20 мин. Срок хранения отобранных на фильтр проб, в герметичной упаковке, для определения аммония сернистого — 7 суток, аммония надсернистого — сутки.

### 8. Выполнение измерений

Фильтр с отобранной пробой помещают в воронку и устанавливают в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>. Фильтр обрабатывают дистиллированной водой по 3 см<sup>3</sup> 5—6 раз (десорбция 95 %). К фильтрату приливают 1,0 см<sup>3</sup> 20 % раствора калий-натрий виннокислого, 0,5 см<sup>3</sup> реактива Несслера и доводят до метки дистиллированной водой. Далее проводят анализ в условиях указанных в п. 7.2.

Массу аммония (мкг) в пробе находят с помощью градуировочной характеристики.

### 9. Вычисление результатов измерений

Концентрацию аммония серноокислого и аммония надсерноокислого (мг/м<sup>3</sup>) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{m \cdot K}{V_0}, \text{ где}$$

$m$  – масса аммония, найденная по градуировочной характеристике, мкг;

$K$  – коэффициент пересчета аммония на соответствующие соли:

$$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \quad K = 3,66$$

$$(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8 \quad K = 6,32$$

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

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

$P$  – атмосферное давление при отборе пробы воздуха, мм рт. ст;

$t$  – температура воздуха в местах отбора проб, °C;

$V_t$  – объем пробы воздуха, дм<sup>3</sup>.

*Методические указания разработаны Е. М. Ройзенблат, К. П. Ива-новой, Э. И. Деховия (ВНИИ Реактивэлектрон, г. Донецк).*

**Определение концентраций загрязняющих веществ  
в атмосферном воздухе**  
**Сборник методических указаний**  
**МУК 4.1.591—96—4.1.645—96, 4.1.662—97, 4.1.666—97**

Редактор Карнаухова А. А.  
Технический редактор Киселева Ю. А.

Формат 60x88/16.  
Подписано в печать 17.09.97  
Тираж 5000 экз.

Печ. л. 28,5  
Заказ 6846

ЛР № 020877 от 20.05.94 г.

Министерство здравоохранения Российской Федерации  
101431, Москва, Рахмановский пер., д. 3

Оригинал-макет подготовлен к печати  
Информационно-издательским центром Минздрава России  
125167, Москва, проезд Аэропорта, 11. Отдел реализации, тел. 198-61-01

Отпечатано с готового оригинал-макета в филиале Государственного ордена  
Октябрьской Революции, ордена Трудового Красного Знамени  
Московского предприятия «Первая Образцовая типография»  
Комитета Российской Федерации по печати.  
113114, Москва, Шлюзовая наб., 10