

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

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., Растяйников 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(-)- 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 серноокислого и аммония надсерноокислого 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 бензазола 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 метилалла 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-нафталя 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 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 – 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_{м.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 4.1.595—96

Дата введения – с момента утвер-
ждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Методические указания по определению
2-аминоэтилсерной кислоты в атмосферном
воздухе методом высокоэффективной
жидкостной хроматографии**

Настоящие методические указания устанавливают высоко-
эффективную жидкостную хроматографическую методику
количественного химического анализа атмосферного воздуха
для определения в нем содержания 2-аминоэтилсерной кислоты
в диапазоне концентраций 0,01—0,1 мг/м³.

H₂N-CH₂-CH₂-O-SO₃H

Мол. масса 141,0

2-Аминоэтилсерная кислота – вещество белого цвета, без
запаха. Температура плавления – 270—279 °С. Растворима в
воде, не растворима в спирте, эфире. В воздухе находится в
виде аэрозоля.

Обладает сильным кожно-резорбтивным действием. ПДК
для атмосферного воздуха населенных мест – 0,02 мг/м³.

Издание официальное

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

1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей $\pm 22\%$, при доверительной вероятности 0,95.

2. Метод измерений

Измерение концентрации 2-аминоэтилсерной кислоты выполняют методом высокоэффективной жидкостной хроматографии со спектрофотометрическим детектированием. Концентрирование 2-аминоэтилсерной кислоты из воздуха осуществляют на фильтр АФА-ХП-20. Экстракцию вещества с фильтра проводят дистиллированной водой.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы — 0,06 мкг.

Определению не мешают: этанол, этиламин, диэтиламин.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

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

3.1. Средства измерений

Хроматограф жидкостный «Милихром»	
Барометр-анероид М-67	ТУ 2504-1797-75
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104-80Е
Линейка измерительная	ГОСТ 17435-72
Лупа измерительная	ГОСТ 8309-75
Меры массы	ГОСТ 7328-82Е
Посуда стеклянная лабораторная	ГОСТ 1770-74Е
рН-метр	ГОСТ 15150-69
Секундомер СДС пр-1-2-000	ГОСТ 5072-79
Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2; пределы 0—55 °С, цена деления 1 °С	ГОСТ 215-73Е
Электроаспиратор М-822	МРТУ 42-862-64

3.2. Вспомогательные устройства

Хроматографическая металлическая колонка 64 х 2 мм	
Аппарат для встряхивания пробирок АВ-30С	ТУ 64-1-2451-78

Воронка фильтровальная со стеклянным пористым фильтром ВФ-20/16

Дистиллятор

ТУ 61-1-721-79

Испаритель ротационный ИР-1М

ТУ 25-11-917-76

Колба Бунзена объемом 250 см³

Фильтродержатель

ТУ 95-7205-77

Фильтродержатель для мембранного капронового фильтра, производство МО КНПО «Диагностикум»

3.3. Материалы

Сорбент Силасорб SPHC18, фракция 5 мкм, насадка для хроматографической колонки (Чехия)

Фильтр АФА-ХП-20

Фильтр мембранный капроновый (25 мм х 0,2 мкм), производство МО КНПО «Диагностикум»

3.4. Реактивы

Ацетонитрил для жидкостной хроматографии, ОП-3, о. с. ч.

ТУ 6-09-14-2167-84

Дистиллированная вода

ГОСТ 6709-72

Калий фосфорнокислый однозамещенный, х. ч.

ГОСТ 4198-65

Кислота 2-аминоэтилсерная, ч.

ТУ 6-09-15-873-87

Кислота ортофосфорная, х. ч.

ГОСТ 6552-58

4. Требования безопасности

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

4.2. При выполнении измерений с использованием жидкостного хроматографа соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТом 12.1.019-79 и инструкцией по эксплуатации прибора.

5. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений допускают лиц, имеющих квалификацию не ниже инженера-химика, с опытом работы на жидкостном хроматографе.

6. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят в нормальных условиях согласно ГОСТу 15150-69 при температуре воздуха (20 ± 10) °С, атмосферном давлении 630—800 мм рт. ст. и влажности воздуха не более 80 %;
- выполнение измерений на жидкостном хроматографе 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 2-аминоэтилсерной кислоты для градуировки ($c = 1 \text{ мг/см}^3$).

50 мг 2-аминоэтилсерной кислоты вносят в колбу вместимостью 50 см³, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Срок хранения раствора - 1 месяц в холодильнике.

0,1 М раствор калия фосфорнокислого однозамещенного, рН = 2.

1,36 г вещества вносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят объем до метки дистиллированной водой. Величину рН = 2 устанавливают, используя 1 % раствор ортофосфорной кислоты.

1 % раствор ортофосфорной кислоты.

0,535 см³ ортофосфорной кислоты растворяют в 100 см³ дистиллированной воды. Элюентом является смесь ацетонитрила с 0,1 М раствором однозамещенного фосфорнокислого калия в соотношении 25 : 75.

7.2 Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают на градуировочных растворах 2-аминоэтилсерной кислоты. Она выражает зависимость площади пика на хроматограмме (мм²) от массы 2-аминоэтилсерной кислоты (мкг) и строится по 5-ти сериям растворов для градуировки. Каждую серию, состоящую

из 6-ти градуировочных растворов, готовят в мерных колбах вместимостью 50 см³. Для этого в каждую колбу вносят рабочий раствор для градуировки в соответствии с табл. 1, доводят объем дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 1

Номер раствора для градуировки	1	2	3	4	5	6
Объем исходного раствора (с = 1 мг/см ³), см ³	0,4	0,8	1,0	2,0	4,0	5,0
Содержание 2-аминоэтилсерной кислоты в 10 мм ³ , мкг	0,08	0,16	0,2	0,4	0,8	1,0

2—3 см³ каждого градуировочного раствора фильтруют через мембранный фильтр, затем хроматографируют 10 мм³ в следующих условиях:

скорость подачи элюента	100 мм ³ /мин
длина волны	200 нм
диапазон чувствительности детектора	1,6
время измерения	0,6 сек
абсолютное время удерживания 2-аминоэтилсерной кислоты	10 мин 35 сек
элюирующий объем	1058 мм ³

На хроматограмме рассчитывают площади пиков 2-аминоэтилсерной кислоты и по средним значениям из 5-ти измерений устанавливают градуировочную характеристику. Проверку градуировочной характеристики проводят 1 раз в квартал и при смене партии реактивов.

7.3. Отбор проб

Отбор проб производится согласно ГОСТу 17.2.3.01-86.

Воздух со скоростью 20 дм³/мин аспирируют через фильтр АФА-ХП-20 в течение 30 мин. Срок хранения проб — 5 дней в холодильнике.

8. Выполнение измерений

Фильтр с пробой помещают в пробирку с 3,0 см³ дистиллированной воды, встряхивают в течение 5 мин, затем

экстракт декантируют в мерную пробирку. Эту операцию повторяют 2 раза, каждый раз используя 2 см³ дистиллированной воды. Объединенные экстракты упаривают на вакуумном испарителе до объема 1,0 см³ (эффективность экстракции с фильтра 0,98). После фильтрования через мембранный фильтр в хроматограф вводят 10 мм³ экстракта и анализируют в условиях, указанных в п. 7.2.

На хроматограмме рассчитывают площадь пика и по градуировочной характеристике определяют массу 2-аминоэтилсерной кислоты в пробе.

9. Вычисление результатов измерений

Концентрацию 2-аминоэтилсерной кислоты в атмосферном воздухе (мг/м³) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{m \cdot V_1 \cdot 1000}{V_2 \cdot V_0}, \text{ где}$$

m – масса 2-аминоэтилсерной кислоты в пробе, найденная по градуировочной характеристике, мкг;

V_1 – объем анализируемой пробы после упаривания, см³;

V_2 – объем пробы, введенной в хроматограф, мм³;

V_0 – объем пробы воздуха, приведенный к нормальным условиям, дм³;

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

V_t – объем воздуха, отобранный для анализа, дм³;

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

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

Методические указания разработаны Мищихиным В. А. и Маруженковым Д. С. (Москва, Бюро СМЭ ГУЗМ).

**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