

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., 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 аминоксислоты в атмосферном воздухе потенциометрическим титрованием. МУК 4.1.593—96	22
Методические указания по высокоэффективному жидкостному хрома- тографическому определению D(-)- α -аминоксислоты. МУК 4.1.594—96	29
Методические указания по определению 2-аминоэтилсерной кисло- ты 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 ацетоуксусного эфира в атмосферном воздухе. МУК 4.1.601—96	87
Методические указания по газохроматографическому определению бензола П (2-/2'-гидрокси-5'-метилфенил/бензотриазол) в атмо- сферном 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 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 4.1.638—96

Дата введения – с момента утвер-
ждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Методические указания по
газохроматографическому определению
уксусной кислоты в атмосферном воздухе**

Настоящие методические указания устанавливают газохро-
матографическую методику количественного химического
анализа атмосферного воздуха для определения в нем содер-
жания уксусной кислоты в диапазоне концентраций 0,01—
1,0 мг/м³.

CH₃COOH

Мол. масса 60,05

Уксусная кислота – прозрачная жидкость с характерным
сильным запахом. Температура кипения – 118,10 °С, темпера-
тура плавления – 16,6 °С, плотность – 1,049 мг/см³, давление
паров – 11,8 мм рт. ст. Хорошо растворяется в воде, этаноле,
эфирах. В воздухе находится в виде паров.

Уксусная кислота обладает сильным раздражающим
действием. Максимальная разовая ПДК для атмосферного
воздуха населенных мест – 0,2 мг/м³, среднесуточная –
0,006 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 $\pm 15\%$, при доверительной вероятности 0,95.

2. Метод измерений

Измерение концентрации уксусной кислоты выполняют методом газожидкостной хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием. Концентрирование уксусной кислоты из воздуха осуществляют на твердый сорбент. Термодесорбцию вещества проводят в испарителе прибора.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы – 0,01 мкг.

Определению не мешают: акриловые кислоты и их метиловые и бутиловые эфиры, спирты C_2 — C_5 , стирол, фенол, бензол, толуол, ксилолы.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

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

3.1. Средства измерений

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором

Барометр-анероид М-67

Весы аналитические ВЛА-200

Дозирующее диффузионно-динамическое устройство типа «Микрогаз»

Линейка измерительная

Лупа измерительная

Меры массы

Микрошприц МШ-10М

Посуда стеклянная лабораторная

Секундомер СДС пр 1-2-000

Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2; пределы 0—55 °С, цена деления 1 °С

Электроаспиратор М-822

ТУ 2504-1797-75

ГОСТ 24104-80Е

ГОСТ 17435-72

ГОСТ 8309-75

ГОСТ 7328-82Е

ГОСТ 8043-74

ГОСТ 1770-74Е и
20292-74Е

ГОСТ 5072-79

ГОСТ 215-73Е

ТУ 64-1-862-77

3.2. Вспомогательные устройства

Аквадистиллятор

ТУ 61-1-721-79

МУК 4.1.638—96

Вакуумный компрессор марки ВН-461 М

Редуктор водородный

ТУ 26-05-463-76

Редуктор кислородный

ТУ 26-05-235-70

Сорбционные трубки из молибденового стекла
длинной 80 мм и внутренним диаметром 2 мм

Хроматографическая колонка из стекла длиной
3 м и внутренним диаметром 4 мм

3.3. Материалы

Азот сжатый

ГОСТ 9293-74

Водород сжатый

ГОСТ 3022-89

Воздух сжатый

ГОСТ 11882-73

Стекловата или стекловолокно

Стекланные заглушки

3.4. Реактивы

Ацетон, ч. д. а.

ГОСТ 2603-79

Вода дистиллированная

ГОСТ 6709-77

Гексан, ч.

ТУ 6 -09-3375-78

Карбовакс 20 М 5 % на инертоне АW зернением
0,160—0,200 мм, готовая насадка для хроматографи-
ческой колонки (производство «Четарол» Чехия)

Кислота уксусная ледяная, х. ч.

ГОСТ 61-75

Силохром II, фракция 0,5—0,15 мм, насадка
для сорбционной трубки

4. Требования безопасности

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

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, с опытом работы на газовом 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 $(20 \pm 10)^\circ\text{C}$, атмосферном давлении 630—800 мм рт. ст. и влажности воздуха не более 80 %;
- выполнение измерений на газовом хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений должны быть проведены следующие работы: приготовление растворов, подготовка хроматографической колонки и сорбционной трубки, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

7.1. Приготовление растворов

Исходный раствор уксусной кислоты для градуировки ($c = 10,0 \text{ мг/см}^3$). 250 мг уксусной кислоты вносят в колбу вместимостью 25 см³, доводят объем до метки водой и тщательно перемешивают. Срок хранения – 1 месяц.

Рабочий раствор уксусной кислоты для градуировки ($c = 0,5 \text{ мг/см}^3$). 12,5 см³ исходного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят объем до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Срок хранения – 1 месяц.

7.2 Подготовка хроматографической колонки и сорбционной трубки

Хроматографическую колонку и сорбционную трубку перед заполнением насадками промывают дистиллированной водой, ацетоном, гексаном, и высушивают в токе азота. Заполнение хроматографической колонки насадкой проводят под вакуумом. Концы колонки закрывают стекловатой и, не подключая к детектору, кондиционируют в токе газа-носителя с расходом 35 см³/мин при температуре 170 °С в течение 18 ч. После охлаждения колонку подключают к детектору и записывают нулевую линию в рабочем режиме. При отсутствии мешающих влияний колонка готова к работе.

Заполнение сорбционной трубки производят вручную 0,05 г Силохрома II. Концы трубки закрывают стекловатой и помещают в испаритель прибора в верхнюю часть хроматографической колонки для кондиционирования в условиях анализа проб в течение 30 мин. Хранят трубки в закрытых емкостях не более 2-х недель.

7.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают методом градуировки на стандартных паровоздушных смесях, полученных с использованием диффузионно-динамического дозатора типа «Микрогаз». В сорбционные трубки, предварительно охлажденные льдом в течение 5 мин, вводят градуировочные смеси с содержанием уксусной кислоты 0,01—0,02—0,04—0,08—0,10 мкг/дм³. Трубки с градуировочными смесями помещают в испаритель прибора и анализируют в следующих условиях:

температура термостата колонок	140 °С
температура испарителя	200 °С
расход газа-носителя (азота)	35 см ³ /мин
расход воздуха	400 см ³ /мин
расход водорода	35 см ³ /мин
скорость движения диаграммной ленты	240 мм/ч
чувствительность шкалы электрометра	50 х 10 ⁻¹² А
время удерживания уксусной кислоты	2 мин 47 сек

На полученной хроматограмме измеряют площадь пика уксусной кислоты и по средним результатам из 5-ти серий строят градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика (мм²) от массы уксусной кислоты (мкг). Градуировку проводят 1 раз в квартал и при смене партии реактивов.

Учитывая эффективность сорбции-десорбции уксусной кислоты Силохромом II (95 %), допустимо проводить градуировку прибора стандартными растворами. В этом случае градуировочную характеристику устанавливают по 5-ти сериям растворов для градуировки. Каждую серию, состоящую из 5-ти растворов, готовят в мерных колбах вместимостью 50 см³. Для этого в колбы вносят 1,0; 3,0; 5,0; 10,0; 50,0 см³ рабочего градуировочного раствора, доводят до метки водой, получая концентрации уксусной кислоты в стандартных растворах 10; 30; 50; 100; 500 мкг/см³, соответственно. Растворы тщательно перемешивают. В испаритель прибора вводят по 1,0 мм³ каждого стандартного раствора и анализируют в условиях, указанных при построении градуировочной характеристики с использованием стандартных паровоздушных смесей.

7.4. Отбор проб

Отбор проб воздуха проводят согласно ГОСТу 17.2.3.01-86. Воздух со скоростью 0,1 дм³/мин аспирируют через сорбционную трубку в течении 10—15 мин. После окончания отбора концы трубки закрывают заглушками и помещают в пробирку с притертой пробкой. Срок хранения пробы — не более 1-х суток.

8. Выполнение измерений

После выхода прибора на рабочий режим отвинчивают крышку испарителя и быстро вводят в верхнюю часть хроматографической колонки в испарителе сорбционную трубку (предварительно удалена газонаправляющая трубка) с отобранной пробой. Испаритель быстро закрывают крышкой и одновременно включают секундомер. Стабилизация нулевой линии происходит через 35 сек. Условия хроматографирования пробы — в соответствии с п. 7.3.

На полученной хроматограмме рассчитывают площадь пика уксусной кислоты и по градуировочной характеристике определяют массу уксусной кислоты в пробе.

9. Вычисление результатов измерений

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

$$C = \frac{m}{V_0}, \text{ где}$$

m — масса уксусной кислоты в пробе, найденная по градуировочной характеристике, мкг;

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

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

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

V_t — объем пробы воздуха, измеренный при отборе, дм³;

t — температура воздуха в местах отбора, °С.

Методические указания разработаны Н. П. Зиновьевой, М. А. Евстигнеевой (НИИ экологии человека и гигиены окружающей среды, г. Москва).

**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