

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

M54

M54 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., Растворников 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 атамантана в атмосферном воздухе. МУК 4.1.591—96	8
Методические указания по газохроматографическому определению 2-аллилоксизтилового спирта в атмосферном воздухе. МУК 4.1.592—96	14
Методические указания по определению аминофенилуксусной 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 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 беназола 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 дизтилбензола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.612—96	168
Методические указания по газохроматографическому определению дизтиленгликоля в атмосферном воздухе. МУК 4.1.613—96	174
Методические указания по определению дизтилфталата 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-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, хлорводорода 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 государствен-
ного 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 низким 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 4.1.631—96

Дата введения – с момента утвер-
ждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методические указания по высокоэффективному жидкостному хроматографическому определению нитробензола в атмосферном воздухе

Настоящие методические указания устанавливают ВЭЖХ методику количественного химического анализа атмосферного воздуха для определения в нем содержания нитробензола в диапазоне концентраций 0,005—0,08 мг/м³.

C₆H₅NO₂

Мол. масса 123,12

Нитробензол – жидкость, слегка желтоватого цвета, плотность – 1,2034 г/см³, температура кипения – 210,9 °С, растворимость в воде – 0,19 г/100 г, хорошо растворима в ряде органических растворителей (гептан, гексан, ацетон). В воздухе находится в виде паров.

Нитробензол обладает наркотическим действием, вызывает нарушение функций гемоглобина, развитие анемий и нарушение сердечно-сосудистой деятельности. Относится ко 2-му классу опасности.

Издание официальное

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

Предельно допустимая концентрация нитробензола в атмосферном воздухе населенных мест – 0,008 мг/м³.

1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей 25 %, при доверительной вероятности 0,95.

2. Метод измерений

Измерение концентраций нитробензола выполняют методом высокоеффективной жидкостной хроматографии с ультрафиолетовым детектированием. Концентрирование нитробензола из атмосферного воздуха осуществляют в поглотители Рыхтера.

Нижний предел измерения – 0,0001 мкг.

Определению не мешают: четыреххлористый углерод, ксиол, бензол, ацетон, этанол, ароматические амины, фталевый и малеиновый ангидриды.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

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

3.1 Средства измерений

Жидкостный хроматограф с ультрафиолетовым детектором

Барометр-анероид М-67

Бюксы с притертymi пробками вместимостью 10 см³

Весы лабораторные ВЛР-200 аналитические

Колбы мерные объемом 10–100 см³

Микрошприц МШ-10

Пипетки объемом 1, 5, 10 см³

Электроаспиратор

ТУ 2504-1797-75

ГОСТ 7851-74

ТУ 25-05.1131-79

ГОСТ 1770-74

ТУ 2.833.106

ГОСТ 20292-74

ТУ 64-1-862-82

3.2. Вспомогательные устройства

Хроматографическая колонка 150 x 3,3 мм

Поглотительные приборы Рыхтера

3.3. Реактивы

Гептан нормальный, эталонный

Нитробензол ч.

ГОСТ 25828-83

ТУ 6-09-09-120-78

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 хроматографа соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТом 12.1.019-79, противопожарной безопасности по ГОСТу 12.1.004-85 и меры безопасности, указанные в «Руководстве по правилам эксплуатации хроматографа».

5. Требования к квалификации операторов

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

6. Условия выполнения 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 хроматографе проводят в условиях, рекомендуемых технической документацией к прибору.

7. Подготовка к выполнению измерений

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

7.1. Приготовление растворов

Подвижная фаза — готовят смешиванием 100 см³ гептана и 0,1 см³ пропанола-2.

Поглотительная смесь — готовят смешиванием 100 см³ гептана и 0,1 см³ пропанола-2.

Исходный раствор нитробензола с содержанием нитробензола 1 мг/см³ в смеси гептана и 0,1 % пропанола-2. 25 мг нитробензола вносят в колбу вместимостью 25 см³, доводят до

метки смесью 0,1 % пропанола-2 в гептане и тщательно перемешивают. Срок хранения – 7 дней.

Рабочий раствор нитробензола с содержанием 0,001 мг/см³. 25 мм³ исходного раствора нитробензола вносят в мерную колбу вместимостью 25 см³, доводят объем до метки смесью 0,1 % пропанола-2 в гептане и тщательно перемешивают. Срок хранения – 4 дня.

7.2 Подготовка колонки

Насос хроматографа заполняют подвижной фазой.

Готовят колонку к работе, пропуская через нее элюирующую смесь в объеме 20 см³ со скоростью 0,5 см³/мин, затем устанавливают рабочую скорость 0,2 см³/мин и пропускают еще 10 см³ элюирующей смеси.

7.3 Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика (мм²) от количества нитробензола (мкг), устанавливают по 5-ти сериям градуировочных растворов. Каждую серию готовят в мерных колбах вместимостью 25 см³ согласно табл. 1, доводят объем до метки смесью 0,1 % пропанола-2 в гептане и тщательно перемешивают.

Таблица 1

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентраций нитробензола

Номер раствора для градуировки	1	2	3	4	5	6
Объем рабочего раствора (с – 0,001 г/см ³), см ³	0,25	0,50	1,25	2,00	2,50	4,00
Количество нитробензола в 10 мм ³ , мкг	0,0001	0,0002	0,0005	0,0008	0,0010	0,0016

Градуировочные растворы нитробензола вводят последовательно в объеме 10 мм³ в колонку 150 x 3,3 мм, заполненную сепароном SGX, при следующем режиме хроматографа:

подвижная фаза смесь гептана и 0,1 %

пропанола

2

элюирующая скорость

0,2 см³/мин

скорость диаграммной ленты

0,6 см/мин

положение тумблера УФ-детектора

2

время удерживания нитробензола 5 мин

Результаты регистрируют и рассчитывают площади пиков в условных электрических единицах с помощью интегратора. Строят градуировочную характеристику по зависимости площади пика от количества нитробензола.

7.4. Отбор проб

Отбор проб проводят согласно ГОСТу 17.2.3.01-86 в 2 последовательно соединенных прибора Рыхтера с 5 см³ поглотительной смеси.

Воздух аспирируют со скоростью 1 дм³/мин в течение 20 мин. Срок хранения отобранных проб - 7 дней.

8. Выполнение измерений

Объем отобранной пробы замеряют. 10 мм³ пробы вводят при помощи микрошприца в колонку жидкостного хроматографа и хроматографируют в условиях, описанных при установлении градуировочной характеристики.

9. Вычисление результатов измерений

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

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

m – количество нитробензола, найденное по градуировочной характеристике, мкг;

V_1 – объем отобранной пробы, см³;

V_2 – объем анализируемой пробы, см³;

V_0 – объем анализируемого 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;

t – температура воздуха в месте отбора проб, °C;

V_t – объем пробы воздуха, дм³.

Методические указания разработаны Н. В. Зайцевой, М. М. Декукиной, Г. Н. Суетиной (Пермский политехнический институт).

**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.

Печ. л. 28,5

Тираж 5000 экз.

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**