

**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 аминифенилуксусной кис- лоты в атмосферном воздухе потенциометрическим титрованием. МУК 4.1.593—96 . . . . .	22
Методические указания по высокоэффективному жидкостному хрома- тографическому определению D(-)- $\alpha$ -аминифенилуксусной кислоты. 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/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 4.1.631—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/м<sup>3</sup>.

C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>NO<sub>2</sub>

Мол. масса 123,12

Нитробензол – жидкость, слегка желтоватого цвета, плотность – 1,2034 г/см<sup>3</sup>, 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/м<sup>3</sup>.

### 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 высокоэффективной 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, ксилол, 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

ТУ 2504-1797-75

Бюксы с притертыми пробками вместимостью 10 см<sup>3</sup>

ГОСТ 7851-74

Весы лабораторные ВЛР-200 аналитические

ТУ 25-05.1131-79

Колбы мерные объемом 10—100 см<sup>3</sup>

ГОСТ 1770-74

Микрошприц МШ-10

ТУ 2.833.106

Пипетки объемом 1, 5, 10 см<sup>3</sup>

ГОСТ 20292-74

Электроаспиратор

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

ГОСТ 25828-83

Нитробензол ч.

ТУ 6-09-09-120-78

Пропанол-2 (изопропиловый спирт)  
Сепарон SGX (неподвижная фаза),  
производство Чехия

ТУ 6-09-402-61

#### 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  $(20 \pm 10)$  °С, 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 см<sup>3</sup> гептана и 0,1 см<sup>3</sup> пропанола-2.

*Поглотительная смесь* – готовят смешиванием 100 см<sup>3</sup> гептана и 0,1 см<sup>3</sup> пропанола-2.

*Исходный раствор нитробензола с содержанием нитробензола 1 мг/см<sup>3</sup> в смеси гептана и 0,1 % пропанола-2.* 25 мг нитробензола вносят в колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>, 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/см<sup>3</sup>.* 25 мм<sup>3</sup> исходного раствора нитробензола вносят в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> со скоростью 0,5 см<sup>3</sup>/мин, затем устанавливают рабочую скорость 0,2 см<sup>3</sup>/мин и пропускают еще 10 см<sup>3</sup> элюирующей смеси.

## 7.3 Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика (мм<sup>2</sup>) от количества нитробензола (мкг), устанавливают по 5-ти сериям градуировочных растворов. Каждую серию готовят в мерных колбах вместимостью 25 см<sup>3</sup> 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 <sup>3</sup> ), см <sup>3</sup>	0,25	0,50	1,25	2,00	2,50	4,00
Количество нитробензола в 10 мм <sup>3</sup> , мкг	0,0001	0,0002	0,0005	0,0008	0,0010	0,0016

Градуировочные растворы нитробензола вводят последовательно в объеме 10 мм<sup>3</sup> 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 см <sup>3</sup> /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 см<sup>3</sup> поглотительной смеси.

Воздух аспирируют со скоростью 1 дм<sup>3</sup>/мин в течение 20 мин. Срок хранения отобранных проб – 7 дней.

### 8. Выполнение измерений

Объем отобранной пробы замеряют. 10 мм<sup>3</sup> 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/м<sup>3</sup>) 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, см<sup>3</sup>;

$V_2$  – объем анализируемой пробы, см<sup>3</sup>;

$V_0$  – объем анализируемого 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 месте отбора проб, °С;

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

*Методические указания разработаны Н. В. Зайцевой, М. М. Де-дюкиной, 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.

Формат 60х88/16.  
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