

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 бензозола 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 высокоеффективной 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 пропиленбензола, 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

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

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 4.1.629—96

Дата введения — с момента утвер-
ждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методические указания по фотоколориметрическому определению нитрилов ($C_{10}-C_{16}$) в атмосферном воздухе

Настоящие методические указания устанавливают фотоко-
лориметрическую методику количественного химического
анализа атмосферного воздуха для определения в нем содер-
жания нитрилов ($C_{10}-C_{16}$) в диапазоне концентраций 0,004—
0,04 мг/м³.



Мол. масса 209—215

где R — $C_{10}-C_{16}$

Нитрилы жирных кислот $C_{10}-C_{16}$ — жидкость коричневого
цвета со специфическим резким запахом. Температуры кипения
— 225—370 °С при атмосферном давлении. Летучесть —
196 мг/м³. Растворяется в органических растворителях: спирте,
серном эфире, этилацетате. В воздухе находятся в виде паров.

Нитрилы относятся к IV классу опасности. ПДКм.р. для
атмосферного воздуха населенных мест — 0,005 мг/м³.

Издание официальное

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

1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей $\pm 18\%$, при доверительной вероятности 0,95.

2. Метод измерений

Измерение концентраций нитрилов выполняют фотоколориметрическим методом, определяя оптическую плотность продукта взаимодействия нитрилов с пикратом натрия при длине волны 490 нм.

Концентрирование нитрилов на воздухе осуществляют на силикагель. Десорбцию нитрилов с силикагеля проводят этиловым спиртом.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы – 1 мкг.

Определению не мешают: жирные кислоты, жирные спирты, вода. Алкилсульфаты, первичные амины мешают определению.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

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

3.1. Средства измерений

Колориметр фотоэлектрический ФЭК-56

ТУ 2504-1797-75

Барометр-анероид М-67

ГОСТ 24104-80Е

Весы аналитические типа ВЛА-200

ГОСТ 7328-82Е

Меры массы

ГОСТ 1770-74Е и

Посуда стеклянная лабораторная

20292-74Е

Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2

ГОСТ 215-73Е

Электроаспиратор модель 822

ТУ 64-1-862-77

3.2. Вспомогательные устройства

Баня водяная

ТУ 64-1-2850-76

Дистиллятор

ТУ 61-1-721-79

Муфельная печь

Сорбционная трубка из стекла длиной 110 мм,
внутренним диаметром 6–8 мм

Поглотительный прибор Яворовской для сорбентов или другой для отбора на кипящий слой

3.3 Материалы

Груша резиновая
Заглушки стеклянные

3.4 Реактивы

Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72
Кислота соляная, ч. д. а.	ГОСТ 3118-77
Кислота пикриновая	ТУ 6-09-08-956-80
Натрия гидроксид, х. ч.	ГОСТ 4329-77
Нитрилы С10—С16, очищенный заводской продукт	
Силикагель КСК, фракция 0,5—0,75 мм	ГОСТ 3956-76
Спирт этиловый, х. ч.	ГОСТ 18300-72

4. Требования безопасности

4.1. При работе с реактивами следует соблюдать требования безопасности, установленные для работы с токсичными, едкими и легко воспламеняющимися веществами по ГОСТу 12.1.005-88.

4.2. При выполнении измерений с использованием фотоколориметра соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТом 12.1.019-79 и инструкцию 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 ± 10) °С, атмосферном давлении 630—800 мм рт. ст. и влажности воздуха не более 80 %;
- выполнение измерений на фотоколориметре проводят в условиях, рекомендуемых технической документацией к прибору.

7. Подготовка к выполнению измерений

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

7.1. Приготовление растворов

Натрия гидроксид 0,5 н раствор. 2 г натрия гидроксида вносят в колбу вместимостью 100 см³, доводят объем до метки дистиллированной водой.

Кислота соляная 10 % раствор. 219 см³ концентрированной соляной кислоты ($c = 1,19 \text{ см}/\text{см}^3$) добавляют к 781 см³ дистиллированной воды.

Исходный раствор нитрилов для градуировки ($c = 10 \text{ мг}/\text{см}^3$). 250 мг нитрилов вносят в колбу вместимостью 25 см³, доводят объем до метки этиловым спиртом, тщательно перемешивают. Срок хранения в холодильнике – 1 день.

Рабочий раствор нитрилов для градуировки ($c = 0,01 \text{ мг}/\text{см}^3$). 0,25 см³ исходного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят объем до метки этиловым спиртом и перемешивают. Раствор готовят в день анализа.

7.2. Подготовка сорбционной трубы

Силикагель помещают в емкость, заливают 10 % раствором соляной кислоты и кипятят 2 ч. Затем промывают силикагель несколько раз дистиллированной водой, высушивают при температуре 100 °C, помещают в муфельную печь при температуре 350 °C на 2 ч. После остывания 2,0 см³ силикагеля помещают в поглотительный прибор и сорбционные трубы, фиксируют концы стеклянными заглушками.

7.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают по 5-ти сериям растворов для градуировки. Каждая серия состоит из 7-ми растворов. Сорбционные трубы, заполненные силикагелем, укрепляют над пробирками. На поверхность силикагеля наносят рабочий раствор в соответствии с табл. 1.

Таблица 1

Стандартные растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентрации нитрилов

Номер стандартного раствора	Рабочий раствор, см ³	Этиловый спирт, см ³	Масса нитрилов С ₁₀ —С ₁₆ в стандартном растворе, мкг
1	0	2,0	0
2	0,1	1,9	1,0
3	0,2	1,8	2,0
4	0,4	1,6	4,0
5	0,6	1,4	6,0
6	0,8	1,2	8,0
7	1,0	1,0	10,0

Десорбцию нитрилов с поверхности силикагеля в пробирку проводят этиловым спиртом, добавляя каждый раз по 0,2 см³ спирта. Последнюю порцию спирта выдывают резиновой грушей. Затем во все пробирки приливают по 2,0 см³ 0,5 % раствора натрия гидроксида и 0,5 см³ насыщенного раствора пикриновой кислоты. Пробирки помещают на водяную баню, нагретую до 80 °С, на 30 мин. По охлаждении растворы фотометрируют в кюветах с расстоянием между рабочими гранями 10 мм при длине волны 490 нм по сравнению с контрольным раствором, не содержащим нитрилы (стандартный раствор № 1).

Градуировочную характеристику, выражющую зависимость оптической плотности от массы нитрилов, устанавливают на средних результатах измерений 5-ти серий стандартных растворов. Проверку градуировочной характеристики проводят 1 раз в квартал и при смене партии реагентов.

7.4. Отбор проб

Отбор проб воздуха проводят согласно ГОСТу 17.2.3.01-86.

Воздух со скоростью 10 дм³/мин аспирируют через поглотительный прибор, заполненный 2 см³ силикагеля, в течении

30 мин. После окончания отбора пробы концы прибора закрывают стеклянными заглушками. Хранят пробу не более 5 ч.

8. Выполнение измерений

После отбора пробы силикагель из поглотительного прибора переносят в пробирку и добавляют порциями по 0,2 см³ 2,5 см³ этилового спирта. 2 см³ элюата обрабатывают в условиях, указанных в п. 7.3. Массу нитрилов (мкг) в фотометрируемом объеме пробы определяют по градуировочной характеристике.

9. Вычисление результатов измерений

Концентрацию нитрилов в атмосферном воздухе (мг/см³) вычисляют по формуле:

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

m – масса нитрилов в пробе, найденная по градуировочной характеристике, мкг;

V_1 – общий объем пробы, см³;

V_2 – объем пробы, взятый на анализ, см³;

V_0 – объем отобранного 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 местах отбора проб, °С;

V_t – объем пробы воздуха, дм³.

*Методические указания разработаны А. П. Белянкиной
(Медицинский институт, г. Ростов).*

**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
Заказ 6846**

Тираж 5000 экз.

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**