

**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 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 беназола 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 4.1.629—96

Дата введения – с момента утвер-  
ждения

## 4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Методические указания по  
фотоколориметрическому определению  
нитрилов (C<sub>10</sub>—C<sub>16</sub>) в атмосферном воздухе**

Настоящие методические указания устанавливают фотоко-  
лориметрическую методику количественного химического  
анализа атмосферного воздуха для определения в нем содер-  
жания нитрилов (C<sub>10</sub>—C<sub>16</sub>) в диапазоне концентраций 0,004—  
0,04 мг/м<sup>3</sup>.

R—C≡N

Мол. масса 209—215

где R – C<sub>10</sub>—C<sub>16</sub>

Нитрилы жирных кислот C<sub>10</sub>—C<sub>16</sub> – жидкость коричневого  
цвета со специфическим резким запахом. Температуры кипения  
– 225—370 °С при атмосферном давлении. Летучесть –  
196 мг/м<sup>3</sup>. Растворяется в органических растворителях: спирте,  
серном эфире, этилацетате. В воздухе находятся в виде паров.

Нитрилы относятся к IV классу опасности. ПДК<sub>м.р.</sub> для  
атмосферного воздуха населенных мест – 0,005 мг/м<sup>3</sup>.

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  $\pm 18\%$ , 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	
Барометр-анероид М-67	ТУ 2504-1797-75
Весы аналитические типа ВЛА-200	ГОСТ 24104-80Е
Меры массы	ГОСТ 7328-82Е
Посуда стеклянная лабораторная	ГОСТ 1770-74Е и 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 C <sub>10</sub> —C <sub>16</sub> , 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  $(20 \pm 10)$  °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 трубки, 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 см<sup>3</sup>, доводят объем до метки дистиллированной водой.

*Кислота соляная 10 % раствор.* 219 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты ( $\rho = 1,19$  см/см<sup>3</sup>) добавляют к 781 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

*Исходный раствор нитрилов для градуировки ( $c = 10$  мг/см<sup>3</sup>).* 250 мг нитрилов вносят в колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>, доводят объем до метки этиловым спиртом, тщательно перемешивают. Срок хранения в холодильнике – 1 день.

*Рабочий раствор нитрилов для градуировки ( $c = 0,01$  мг/см<sup>3</sup>).* 0,25 см<sup>3</sup> исходного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доводят объем до метки этиловым спиртом и перемешивают. Раствор готовят в день анализа.

### 7.2. Подготовка сорбционной трубки

Силикагель помещают в емкость, заливают 10 % раствором соляной кислоты и кипятят 2 ч. Затем промывают силикагель несколько раз дистиллированной водой, высушивают при температуре 100 °С, помещают в муфельную печь при температуре 350 °С на 2 ч. После остывания 2,0 см<sup>3</sup> силикагеля помещают в поглощительный прибор и сорбционные трубки, 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 трубки, 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	Этиловый спирт, см	Масса нитрилов $C_{10}-C_{16}$ 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 см<sup>3</sup> спирта. Последнюю порцию спирта выдувают резиновой грушей. Затем во все пробирки приливают по 2,0 см<sup>3</sup> 0,5 н раствора натрия гидроксида и 0,5 см<sup>3</sup> 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, выражающую 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 реактивов.

#### 7.4. Отбор проб

Отбор проб воздуха проводят согласно ГОСТу 17.2.3.01-86.

Воздух со скоростью 10 дм<sup>3</sup>/мин аспирируют через поглотительный прибор, заполненный 2 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 2,5 см<sup>3</sup> этилового спирта. 2 см<sup>3</sup> 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/см<sup>3</sup>) 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, см<sup>3</sup>;

$V_2$  – объем пробы, взятый на анализ, см<sup>3</sup>;

$V_0$  – объем отобранного 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 местах отбора проб, °C;

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

*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.

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