

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

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 адмантана 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 кислоты в атмосферном воздухе потенциометрическим титрованием. МУК 4.1.593—96	22
Методические указания по высокоэффективному жидкостному хроматографическому определению D(-)- α -аминифенилуксусной 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 серноокислого и аммония надсерноокислого 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 бензола 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 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 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-нафта 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 4.1.609—96

Дата введения – с момента утвер-
ждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методические указания по газохроматографическому определению дивинилбензола в атмосферном воздухе

Настоящие методические указания устанавливают газохро-
матографическую методику количественного химического
анализа атмосферного воздуха для определения в нем содер-
жания дивинилбензола технического в диапазоне концентраций
0,005—0,5 мг/м³.

Дивинилбензол технический – жидкость с характерным
запахом. Состав дивинилбензола технического: дивинилбензол
– 50—60 %, диэтилбензол – 2—7 %, этилстирол – 33—48 %.
Температура плавления – 42 °С, плотность – 0,92 г/см³.
Растворяется в спирте, эфире, в воде практически не растворя-
ется. В воздухе находится в виде паров.

Дивинилбензол обладает раздражающим действием. ПДКм.р.
для атмосферного воздуха населенных мест – 0,01 мг/м³.

1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешно-
стью, не превышающей ±20 %, при доверительной вероятности
0,95.

Издание официальное

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

2. Метод измерений

Измерение концентрации дивинилбензола технического по содержанию в нем этилстирола выполняют методом газожидкостной хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием. Концентрирование дивинилбензола технического из воздуха осуществляют на силикагель. Десорбцию с силикагеля проводят экстракцией диэтиловым эфиром.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы – 0,005 мкг.

Определению не мешают ароматические углеводороды с температурой кипения до 160 °С.

Длительность анализа, включая отбор пробы, 40 мин.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

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

3.1. Средства измерений

Хроматограф газовый с пламенно-ионизационным детектором

Барометр-анероид М-67

Весы аналитические ВЛА-200, 2-го кл.

Линейка измерительная

Лупа измерительная

Меры массы, 1-го кл.

Посуда стеклянная лабораторная

Пробирки П4-10, 14/23

Секундомер СДС пр-1-2-000

Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2

Электроаспиратор ЭА-1

ТУ 2504-1797-75

ГОСТ 24104-80Е

ГОСТ 17435-72

ГОСТ 8309-75

ГОСТ 7328—82

ГОСТ 1770-74Е,
20292-74Е

ГОСТ 23932-79Е

ГОСТ 5072-79

ГОСТ 215-73Е

ТУ 64-1-862-77

3.2. Вспомогательные устройства

Вакуумный компрессор марки ВН-461М

Воронка стеклянная диаметром 30 мм

Дистиллятор

Набор сит «Физприбор»

Редуктор водородный

ТУ 26-06-459-69

ГОСТ 26336-82

ТУ 61-1-721-79

ТУ 26-09-262-69

ТУ 26-05-463-76

	МУК 4.1.609—96
Редуктор кислородный	ТУ 26-05-235-70
Сорбционные стеклянные трубки длиной 100 мм и внутренним диаметром 10 мм	
Ступка фарфоровая	ГОСТ 9147-80
Хроматографическая колонка из стекла длиной 2 м и внутренним диаметром 3 мм	
Шкаф сушильный	ГОСТ 13474-70

3.3. Материалы

Азот сжатый	ГОСТ 9293-74
Водород сжатый	ГОСТ 3022-89
Воздух сжатый	ГОСТ 11882-73
Стекловата УТВ	
Стеклоянные заглушки	

3.4. Реактивы

Ацетон, ч. д. а.	ГОСТ 2603-79
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-77
Дивинилбензол технический	
Эфир диэтиловый, ч.	ГОСТ 6265-52
Силикагель марки КСК зернением 0,25—0,5 мм	
Reoplex 400 15 %-ный на хроматоне N-AW-DMCS зернением 0,16—0,20 мм (готовая насадка для хроматографической колонки производство «Сhemapol»)	
Хлороформ, х. ч.	ТУ 06-09-4263-76

4. Требования безопасности

4.1. При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работы с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТу 12.1.005-88.

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 ± 10) °С, 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 проводят следующие работы: приготовление растворов, подготовка хроматографической колонки и сорбционной трубки, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

7.1. Приготовление растворов

Исходный раствор дивинилбензола для градуировки ($c = 10$ мг/см³). 250 мг дивинилбензола вносят в мерную колбу вместимостью 25 см³, доводят до метки диэтиловым эфиром и тщательно перемешивают. Срок хранения – 3 дня.

7.2. Подготовка хроматографической колонки и сорбционной трубки

Хроматографическую колонку и сорбционную трубку перед заполнением насадками промывают дистиллированной водой, ацетоном, хлороформом, диэтиловым эфиром и высушивают в токе инертного газа. Заполнение хроматографической колонки насадкой проводят под вакуумом. Концы колонки закрывают стекловатой и, не подключая к детектору, кондиционируют в токе газа-носителя (азота) с расходом 30 см³/мин при температуре 180 °С в течение 20 ч. После охлаждения колонку подключают к детектору, записывают нулевую линию в рабочем режиме. При отсутствии дрейфа нулевой линии колонка готова к работе.

Перед заполнением сорбционной трубки силикагелем его промывают 5—6 раз дистиллированной водой, высушивают в сушильном шкафу при температуре 105 °С в течение 2 ч и при температуре 200 °С – 5 ч. Высушенным силикагелем заполняют стеклянную трубку на высоту 5 см, фиксируют с двух сторон стекловатой и заглушками. Трубку хранят в закрытых склянках 1 месяц.

7.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают методом абсолютной градуировки на стандартных растворах дивинилбензола (по м-этилстиролу). Она выражает зависимость высоты пика м-этилстирола на хроматограмме (мм) от массы дивинилбензола (мкг) и строится по 5-ти сериям растворов для градуировки. Каждую серию, состоящую из 6-ти растворов, готовят в мерных колбах вместимостью 50 см³. Для этого в каждую колбу вносят рабочий раствор для градуировки в соответствии с табл. 1, доводят объем диэтиловым эфиром до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 1

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентрации дивинилбензола

Номер раствора для градуировки	1	2	3	4	5	6
Объем рабочего раствора (с = 0,1 мг/см ³), см ³	0	0,5	1,0	5,0	10,0	50,0
Содержание дивинилбензола, мкг/5 мм ³	0	0,005	0,01	0,05	0,1	0,5

В испаритель прибора вводят по 5 мм³ каждого градуировочного раствора и анализируют в следующих условиях:

температура термостата колонок 150 °С
 температура испарителя 175 °С
 расход газа-носителя (азот) 30 см³/мин
 расход водорода 30 см³/мин
 расход воздуха 300 см³/мин
 скорость движения диаграммной ленты 240 мм/ч

Время удерживания:

диэтилового эфира 35 сек
 диэтилбензола 55 сек
 м-этилстирола 3 мин
 м-дивинилбензола 4 мин 50 сек
 п-дивинилбензола 5 мин 10 сек

На полученной хроматограмме рассчитывают высоту пика м-этилстирола и по средним результатам из 5-ти серий строят градуировочную характеристику. Проверку градуировочной характеристики проводят 1 раз в месяц и при смене партии реактивов.

7.4. Отбор проб

Отбор проб производится согласно ГОСТу 17.2.3.01-86. Воздух со скоростью 2 дм³/мин аспирируют через сорбционные трубки, заполненные силикагелем КС, в течение 20 мин. После отбора пробы концы трубки закрывают заглушками. Срок хранения проб - 7 дней.

8. Выполнение измерений

Сорбционную трубку с отобранной пробой укрепляют вертикально, присоединяют к ней воронку и промывают 5,0 см³ диэтилового эфира. Элюат собирают в мерную пробирку с притертой пробкой. Диэтиловый эфир, оставшийся в слое сорбента, выдувают грушей в ту же пробирку. Элюат упаривают при комнатной температуре под тягой до объема 0,2 см³. На анализ в испаритель прибора вводят 5,0 мм³ пробы. На хроматограмме рассчитывают высоту пика м-этилстирола и по градуировочной характеристике определяют его массу в пробе.

9. Вычисление результатов измерений

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

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

m - масса м-этилстирола, найденная по градуировочной характеристике, мкг;

V_1 - объем упаренного экстракта, мм³;

V_2 - объем анализируемой пробы, мм³;

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

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

V_t - объем пробы воздуха, дм³;

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

t - температура воздуха в месте отбора пробы, °С.

Методические указания разработаны: С. Я. Барихиным (Госкомгидромет, г. Пермь).

**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