

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 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 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 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 бензола П (2-/2'-гидрокси-5'-метилфенил/бензотриазол) 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 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-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

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 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 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 4.1.599—96

Дата введения – с момента утвер-
ждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Методические указания по
газохроматографическому определению
ацетальдегида в атмосферном воздухе**

Настоящие методические указания устанавливают газохрома-
тографическую методику количественного химического анализа
атмосферного воздуха для определения в нем содержания аце-
тальдегида в диапазоне концентраций 0,008—0,1 мг/м³.

C₂H₄O

Мол. масса 44,05

Ацетальдегид – бесцветная жидкость с удушающим запахом.
Температура кипения – 20,16 °С, плотность – 0,7780 г/см³.
Смешивается во всех отношениях с водой и большинством
органических растворителей.

Ацетальдегид раздражает слизистые оболочки, вызывает
пневмонию и отек легких. ПДК для атмосферного воздуха
населенных мест – 0,01 мг/м³.

1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешно-
стью, не превышающей ±23,4 %, при доверительной вероят-
ности 0,95.

Издание официальное

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

2. Метод измерений

Измерение концентрации ацетальдегида выполняют методом газожидкостной хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием. Концентрирование ацетальдегида из воздуха осуществляют в поглотители Рыхтера, заполненные дистиллированной водой.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы – 2 мкг.

Определению не мешают: формальдегид, метилформиат, метилацетат, уксусная и муравьиная кислоты, диметиловый эфир.

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

Линейка масштабная

Лупа измерительная

Меры массы,

Микрошприц типа МШ-10М

Посуда стеклянная лабораторная

Секундомер СДС пр-1-2-000

Термометр лабораторный шкальный

Цилиндр мерный вместимостью 50 см³

Шприц медицинский вместимостью 2 или 5 см³

ТУ 2504-1797-75

ГОСТ 24104-80 Е

ГОСТ 17435-72

ГОСТ 8309-75

ГОСТ 7328-82Е

ГОСТ 8043-75

ГОСТ 1770-74Е,
20292-74 Е

ГОСТ 5072-79

ГОСТ 215-73 Е

ГОСТ 1770-74

ТУ 64-1-378-83

3.2 Вспомогательные устройства

Аспиратор М-822

Баня водяная

Вакуумный насос

Дистиллятор

ТУ 26-06-459-69

ТУ 61-1-721-79

Поглотительный сосуд Рыхтера ЗР

Редуктор водородный

ТУ 26-05-463-76

Редуктор кислородный

ТУ 26-05-235-70

Стеклянный флакон вместимостью 30 см³
с навинчивающейся пластмассовой крышкой
с отверстием 3 мм и вставкой из самоуплот-
няющейся резины

ТУ 64-2-109-72

Сушильный шкаф

ТУ 16-531-639-78

Холодильник бытовой или любой другой

ТУ 27-04-481-75

Хроматографическая колонка из стекла
или нержавеющей стали длиной 3 м и
внутренним диаметром 3 мм

3.3. Материалы

Азот сжатый

ГОСТ 9293-74

Водород сжатый

ГОСТ 3022-89

Воздух сжатый

ГОСТ 11882-73

Лед

Стекловата или стекловолокно

Стеклянные заглушки

3.4. Реактивы

Ацетальдегид, ч. (свежеперегнанный, хранят
в холодильнике)

Ацетон, х. ч.

ГОСТ 2603-79

Вода дистиллированная

ГОСТ 6709-77

Натрий сернокислый безводный

ГОСТ 4166-76

1,2,3-трис(бетацанэтокси)пропан – непод-
вижная жидкая фаза

Хлороформ, х. ч.

ТУ 06-09-06-800-76

Хромосорб-Р (0,20—0,25 мм) – твердый
носитель (производство США)

Этиловый спирт техн.

ГОСТ 18300-87

4. Требования безопасности

4.1. При работе с реактивами соблюдают требования без-
опасности, 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 соот-

ветствии 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, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

7.1. Приготовление растворов

Исходный раствор ацетальдегида для градуировки ($c = 0,2 \text{ мг/см}^3$). 100 мг ацетальдегида вносят в колбу вместимостью 500 см³, объем доводят до метки водой и тщательно перемешивают. Срок хранения – не более двух недель в холодильнике.

Градуировочные растворы с массой ацетальдегида 20—40—80—160—320 и 400,0 мкг готовят соответствующим разбавлением 0,1—0,2—0,4—0,8—1,6 и 2,0 см³ исходного раствора ацетальдегида в стеклянных флаконах с навинчивающейся пробкой. Срок хранения – 1 день.

7.2. Подготовка хроматографической колонки

Насадка для хроматографической колонки состоит из 20 % 1,2,3-трис(бетацнанэтокси)пропана, нанесенного на хромосорб-Р. Для этого в фарфоровой чашке взвешивают 3,0 г 1,2,3-трис(бетацнанэтокси)пропана и растворяют в 75 см³ хлорофор-

ма. В полученный раствор вносят 15,0 г хромосорба-Р. Непрерывно помешивая содержимое чашки, выпаривают хлороформ на водяной бане до сыпучего состояния сорбента. Перед заполнением готовой насадкой хроматографическую колонку промывают органическими растворителями (ацетон, этиловый спирт) и высушивают. Заполнение хроматографической колонки насадкой проводят с помощью вакуумного насоса. Концы колонки закрывают стекловатой и, не подключая к детектору, кондиционируют при постепенном повышении температуры от 50 до 160 °С со скоростью 1 °С/мин. При 50 и 160 °С колонки выдерживают по 4 ч. После охлаждения колонку подключают к детектору, записывают нулевую линию в рабочем режиме. При отсутствии дрейфа нулевой линии колонка готова к работе.

7.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают методом абсолютной градуировки на градуировочных растворах. Она выражает зависимость высоты пика на хроматограмме (мм) от массы ацетальдегида (мкг) и строится по 5-ти сериям растворов для градуировки. Для этого в стеклянные флаконы с навинчивающейся пробкой помещают 5 градуировочных растворов по 20 см³ и добавляют в каждый по 5 г сульфата натрия. Скрылки закрывают сначала пробкой из самоуплотняющейся резины, а затем навинчивающейся пластмассовой пробкой и термостатируют в водяной бане при 55±1 °С 45 мин. Нагретым шприцем отбирают по 5 см³ равновесной паровой фазы и вводят в испаритель хроматографа на анализ при следующих условиях:

температура термостата колонок	70 °С
температура испарителя	130 °С
расход газа-носителя (азота)	40 см ³ /мин
расход водорода	30 см ³ /мин
расход воздуха	300 см ³ /мин
скорость движения диаграммной ленты	20 мм/мин
время удерживания ацетальдегида	2 мин 5 сек

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

7.4. Отбор проб

Отбор проб воздуха проводится согласно ГОСТу 17.2.3.01-86. Воздух со скоростью 10 дм³/мин аспирируют через 2 последовательно соединенных поглотительных прибора Рыхтера ЗР, содержащих по 10 см³ воды в каждом, в течение 25 мин. При температуре окружающего воздуха выше +5 °С их охлаждают смесью льда с водой. После отбора пробы концы поглотительных сосудов фиксируют стеклянными заглушками. Срок хранения пробы – не более 1-х суток.

8. Выполнение измерений

После отбора пробы воздуха содержимое обоих поглотителей сливают вместе в стеклянный флакон вместимостью 30 см³ и добавляют 5 г сульфата натрия. Далее пробу обрабатывают в соответствии с п. 7.3. На хроматограмме рассчитывают высоту пика и по градуировочной характеристике определяют массу ацетальдегида в пробе.

9. Вычисление результатов измерений

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

$$C = \frac{M}{V_0}, \text{ где}$$

M – масса ацетальдегида в пробе, найденная по градуировочной характеристике, мкг;

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 воздуха, отобраный для анализа, дм³;

P – атмосферное давление в месте отбора пробы, мм рт. ст.;

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

Методические указания разработаны В. Ф. Федониной (Всероссийский научно-исследовательский и проектный институт мономеров ВНИПИМ г. Тула).

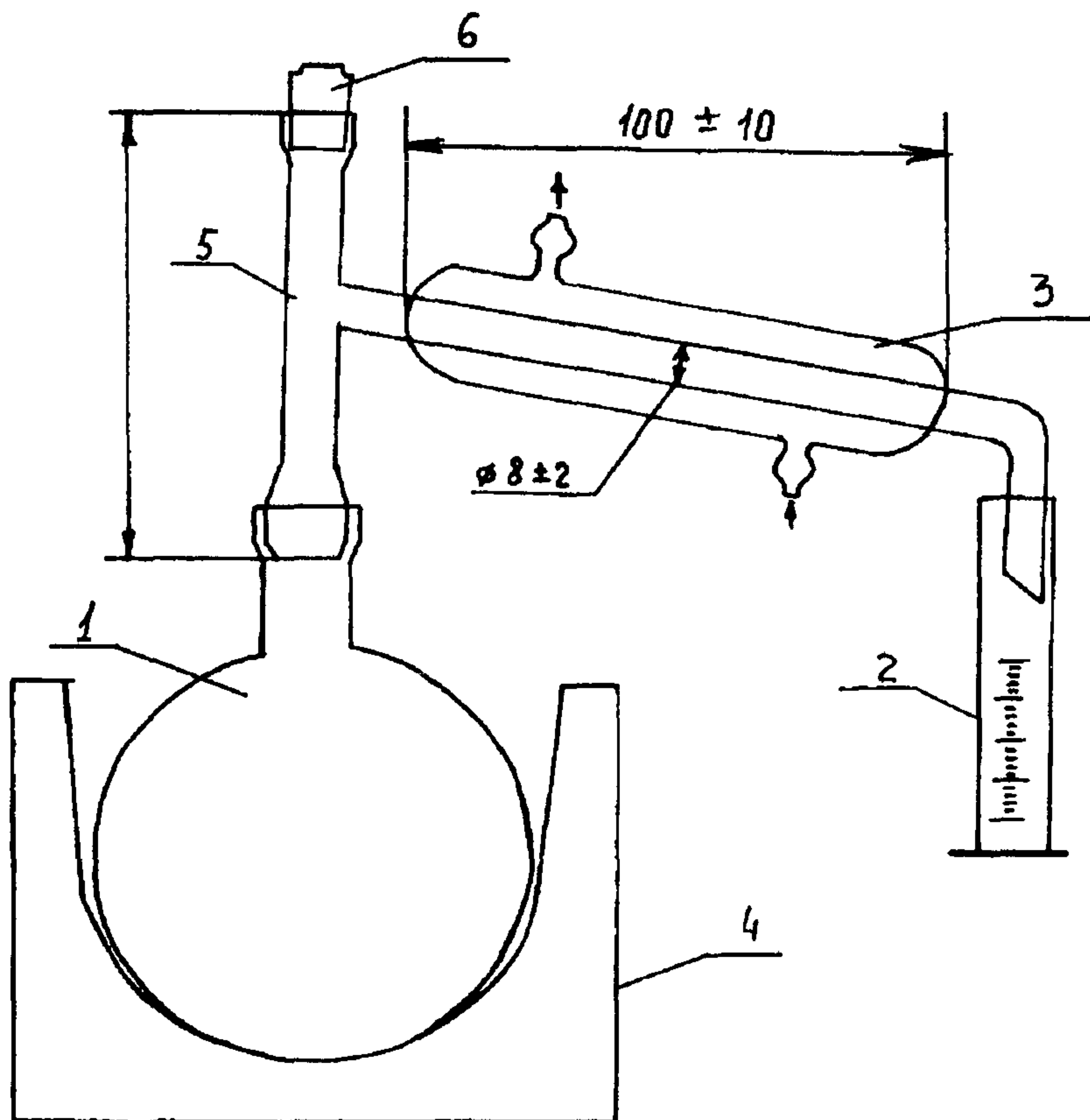


Рис. 1. Установка для перегонки.

1 - колба круглодонная на 1000 см³ ГОСТ 25336-82, 2 - цилиндр (пробирка) 2—5 ГОСТ 1770-74, 3 - Холодильник ГОСТ 25336-82, 4 - колбонагреватель, 5 - насадка НІ - 29/32-14/23-14/23 (изгиб И < 75° 2К-29/32-14/23ТО) ГОСТ 25336-82, 6 - пробка (термометр).

**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.

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**