

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 4.1.591—96

Дата введения – с момента утвер-
ждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

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

Настоящие методические указания устанавливают газохрома-
тографическую методику количественного химического анализа
атмосферного воздуха для определения в нем содержания адаман-
тана в диапазоне концентраций 0,0066—0,22 мг/м³.

C₁₀H₁₆

Мол. масса 136,24

Адамантан (трицикло[3, 3, 1, 1^{3,7}]декан) кристаллический
порошок светло-кремового цвета со слабым камфарным запа-
хом. Температура плавления – 269 °С. Растворим в гексане,
диметилформамиде, изопропиловом спирте, четыреххлористом
углероде; практически нерастворим в воде. Возгоняется. Агре-
гатное состояние в воздухе – пары и аэрозоль.

Адамантан обладает общетоксическим действием. Ориентировоч-
ный безопасный уровень воздействия (ОБУВ) – 0,0075 мг/м³.

1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью,
не превышающей ±17 %, при доверительной вероятности 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 адамантана выполняют методом газожидкостной хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием. Концентрирование адамантана из воздуха осуществляют на фильтр АФА-ВП-20 и 15 % ПФМС-4 на силикагеле С-4. Десорбцию с фильтра и хроматографической насадки проводят четыреххлористым углеродом.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы – 0,004 мкг.

Определению не мешает четыреххлористый углерод, бромадамантан.

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

Аспирационное устройство, модель 822

Барометр-анероид М-67

Весы аналитические ВЛА-200

Линейка масштабная

Лупа измерительная

Меры массы, 1 кл.

Микрошприц МШ-10

Посуда стеклянная лабораторная

Секундомер 2 кл. точности

Термометр лабораторный шкальный

ТУ 64-1-862-77

ТУ 2504-1797-75

ГОСТ 24104-80Е

ГОСТ 222-19-76

ГОСТ 9309-75

ГОСТ 7328-73

ТУ 2.833-106

ГОСТ 1770-74Е,
20292-80Е, 8313-75

ГОСТ 5072-72

ГОСТ 215-73Е

3.2. Вспомогательные устройства

Вакуумный компрессор марки ВН-461М

Дистиллятор

Испаритель ротационный ИР-1М

Редуктор водородный

Редуктор кислородный

ТУ 26-06-459-69

ТУ 61-1-721-79

ТУ 25-11-917-76

ТУ 26-05-463-76

ТУ 26-05-235-70

МУК 4.1.591—96

Сорбционные стеклянные трубки длиной 8 см и внутренним диаметром 6 мм

Фильтродержатели, изготовитель ВО «Изотоп»

Хроматографическая колонка из стекла или стали длиной 1 м и внутренним диаметром 2,5—4,0 мм

3.3. Материалы

Водород сжатый

ГОСТ 3922-80

Воздух сжатый

ГОСТ 11882-73

Гелий сжатый марки В

ТУ 51-940-80

Стекловата

Стеклянные заглушки

Фильтр АФА-ВП-20, изготовитель ВО «Изотоп»

3.4. Реактивы

Адамантан, х. ч.

ТУ 6-02-7-39-78

Ацетон, х. ч.

ГОСТ 2603-79

Дистиллированная вода

ГОСТ 6709-77

Полиметилфенилсилоксан (ПФМС-4) 15 % на силикагеле С-4 (насадка для сорбционных трубок)

Силикон OV-17 3 % на хроматоне N-AW-DMCS зернением 0,10—0,125 мм (насадка для хроматографической колонки)

Хлороформ, х. ч.

ГОСТ 20015-74

Четыреххлористый углерод

ТУ 6-09-2663-77

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 адамантана для градуировки ($c = 200 \text{ мкг/см}^3$). 0,020 г адамантана вносят в колбу вместимостью 100 см^3 , доводят до метки четыреххлористым углеродом и перемешивают. Срок хранения в склянке с притертой пробкой – 3 дня.

7.2. Подготовка хроматографической колонки и сорбционной трубки

Хроматографическую колонку и сорбционную трубку перед заполнением насадками промывают дистиллированной водой, ацетоном, хлороформом 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 с расходом $60 \text{ см}^3/\text{мин}$ при температуре 200 °С в течение 7 ч. После охлаждения колонку подключают к детектору, записывают нулевую линию в рабочем режиме. При отсутствии дрейфа нулевой линии колонка готова к работе. Сорбционную трубку заполняют 1,4—1,5 г сорбента, фиксируют концы стекловатой и закрывают заглушками. Трубку хранят в закрытой емкости не более 2-х недель.

7.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают методом абсолютной градуировки по 5-ти сериям растворов для градуировки. Каждую серию, состоящую из 6-ти градуировочных растворов, готовят в пробирках с притертыми пробками вместимостью 10 см³. В пробирки вносят 0,05—0,1—0,2—0,4—0,8—1,6 см³ исходного раствора адамантана, что соответствует его концентрации 1—2—4—8—16—32 мкг/см³. Объем каждого градуировочного раствора доводят до метки четыреххлористым углеродом и тщательно перемешивают. 5 см³ каждого градуировочного раствора наносят на фильтры и помещают в колбы, добавляют 1,4—1,5 г сорбента для сорбционных трубок. 15—20 мин растворы взбалтывают, отжимают фильтр и фильтруют. Фильтраты испаряют на ротационном испарителе до 1 см³.

В испаритель прибора вводят по 4 мм³ каждого раствора, что соответствует массе адамантана 0,004—0,008—0,016—0,032—0,064—0,128 мкг и анализируют в следующих условиях:

температура термостата колонок	90 °С
температура детектора	180 °С
температура испарителя	240 °С
расход газа-носителя (гелий)	60 см ³ /мин
расход водорода	20 см ³ /мин
расход воздуха	200 см ³ /мин
скорость движения диаграммой ленты	240 мм/ч
время удерживания адамантана	3 мин

На хроматограмме рассчитывают площади пиков адамантана и по средним значениям из 5-ти измерений устанавливают градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика (мм²) от массы (мкг) адамантана. Проверку градуировочной характеристики проводят 1 раз в месяц и при смене партии реактивов.

7.4. Отбор проб

Отбор проб воздуха проводят согласно ГОСТу 17.2.3.01-86.

Воздух со скоростью 5 дм³/мин аспирируют через фильтр АФА-ВП-20, последовательно соединенный с сорбционной трубкой, в течение 30-и мин. После окончания отбора фильтр складывают рабочей стороной внутрь, сорбционные трубки с

концов фиксируют заглушками. Срок хранения проб – не более 2-х дней.

8. Выполнение измерений

Фильтр с пробой и сорбент из сорбционной трубки помещают в колбу, добавляют 5 см³ четыреххлористого углерода, взбалтывают 15—20 мин и далее обрабатывают согласно п. 7.3.

На хроматограмме рассчитывают площадь пика адамантана и по градуировочной характеристике определяют его массу в пробе.

9. Вычисление результатов измерений

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

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

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

V_1 – общий объем пробы, мм³;

V_2 – объем пробы, взятой на анализ, мм³;

V_0 – объем отобранного воздуха, приведенный к нормальным условиям, дм³;

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

V_t – объем воздуха, отобранный для анализа, дм³;

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

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

Методические указания разработаны Н. И. Юрченко, В. К. Ермаковой, Н. Н. Каргиной (ВНЦ БАВ, г. Старая Купавна).

**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**