

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: Мальшева А. Г. (руководитель), Зиновьева Н. П., Суворова Ю. Б., Растянный 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 аминоксислот в атмосферном воздухе потенциометрическим титрованием. МУК 4.1.593—96	22
Методические указания по высокоэффективному жидкостному хроматографическому определению D(-)- α -аминоксислоты. 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 сернистого и аммония надсернистого 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 бензиллацетата 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 метилалля 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 4.1.627—96

Дата введения – с момента утвер-
ждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

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

Настоящие методические указания устанавливают газохро-
матографическую методику количественного химического
анализа атмосферного воздуха для определения в нем содер-
жания метилформиата в диапазоне концентраций 0,036—
0,52 мг/м³.

C₂H₄O₂

Мол. масса 60,05

Метилформиат – жидкое бесцветное вещество с резким
запахом. Температура плавления – 99 °С; температура кипения
– 31,5 °С, плотность – 1,0031 г/см³ (0 °С); упругость пара –
400 мм рт. ст. (16 °С). Хорошо растворяется в спиртах,
эфирах, углеводородах, в воде – 30,4 г/100 г (20 °С).

Метилформиат оказывает токсическое действие на централь-
ную нервную систему, слизистые глаз, носовой полости, легкие,
кровь. Влияет на активность некоторых ферментов.

Издание официальное

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

В воздухе может находиться в виде паров. ОБУВ для атмосферного воздуха населенных мест – 0,04 мг/м³.

1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей $\pm 17,4\%$, при доверительной вероятности 0,95.

2. Метод измерений

Измерение концентрации метилформиата выполняют методом газожидкостной хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием. Концентрирование метилформиата из воздуха осуществляют абсорбцией в воду с последующим анализом равновесной паровой фазы.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы – 9 мкг.

Определению не мешают: динил, метилбензоат, метилтолуилат, диметилтерефталат, диметилизофталат, диметилортофталат, динонилфталат, оксиды серы, углерода, азота, метиловый, этиловый, пропиловый спирты в количествах, превышающих их ПДК в 10 раз.

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 измерительная

Лупа измерительная

Меры массы

Микрошприц МШ-10

Посуда стеклянная лабораторная

Секундомер СДС пр-1-2-000

Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2; пределы 0—55 °С, цена деления 0,1 °С

ТУ 2504-1797-75

ГОСТ 24104-80Е

ГОСТ 17435-72

ГОСТ 8309-75

ГОСТ 7328-82Е

ТУ 2.833.106

ГОСТ 1770-74Е,
20292-74Е

ГОСТ 5072-79

ГОСТ 215-73Е

Шприц медицинский вместимостью 2 см³ ТУ 64-1-378-83

Электроаспиратор для отбора проб воздуха «Эжектор», изготовленный в экспериментально-технических мастерских при НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г. Ленинград, с пределом измерения 25 дм³/мин, с ценой деления 1 дм³/мин (или любой другой аспириатор)

3.2. Вспомогательные устройства

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

Вакуумный компрессор марки ВН-461М ТУ 26-06-459-69

Дистиллятор ТУ 61-1-721-79

Поглотители Рыхтера ЗР

Редуктор водородный ТУ 26-05-463-76

Редуктор кислородный ТУ 26-05-235-70

Баня водяная

Стекланный флакон с навинчивающейся пробкой и вставкой из самоуплотняющейся резины вместимостью 40 см³

Чашка выпарительная ГОСТ 91471-80

3.3. Материалы

Аргон (или другой инертный газ) сжатый в баллонах ГОСТ 10157-79

Водород сжатый в баллонах ГОСТ 3022-80

Воздух сжатый в баллонах ГОСТ 17433-80

Лед

Стекловата или стекловолочно

Стекланные заглушки

3.4. Реактивы

Ацетон, х. ч. ГОСТ 2603-79

Вода дистиллированная ГОСТ 6709-77

Метилформиат, ч. ТУ 6-09-11-1757-83

Натрий хлористый, х. ч. ГОСТ 423377

Полиэтиленгликоль 2000 (ПЭГ 20М) или его аналог – неподвижная жидкая фаза

Хлороформ, х. ч. ГОСТ 20015-74

Хроматон N-A-W-HMCS (фр. 0,16—0,20)

Этанол ректифицированный ГОСТ 18300-72

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, рекомендуемых 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

Рабочий раствор метилформиата для градуировки ($c = 1 \text{ мг/см}^3$) готовят растворением навески 50,0 мг в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 50 см³. Раствор стабилен в течение месяца при хранении в холодильнике.

7.2. Подготовка хроматографической колонки

Насадка для хроматографической колонки состоит из 10 % ПЭГ 20 М, нанесенного на хроматон-N-FW-НМСS. Для приготовления насадки в фарфоровой чашке взвешивают 1,6 г ПЭГ

20 М, растворяют в 50 см³ хлороформа и в раствор вносят 16,0 г хроматона. Непрерывно помешивая содержимое чашки, выпаривают растворитель на водяной бане до сыпучего состояния. Перед заполнением насадкой хроматографическую колонку промывают горячей водой, дистиллированной водой, ацетоном, этиловым спиртом и высушивают в токе газа-носителя. Заполнение хроматографической колонки насадкой проводят под вакуумом. Концы колонки закрывают стекловатой и, не подключая к детектору, кондиционируют в токе газа-носителя при постепенном повышении температуры от 80 до 250 °С со скоростью 1 град/мин. При температуре 250 °С колонку выдерживают 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 метилформиата. Для этого готовят 5-ти серий растворов для градуировки. Каждую серию, состоящую из 5-ти растворов готовят в стеклянных флаконах с навинчивающейся пробкой и прокладкой из самоуплотняющейся резины вместимостью 40 см³. Для этого в каждый флакон вносят 25 см³ дистиллированной воды, 6,0 г натрия хлорида и с помощью микрошприца рабочий раствор метилформиата в соответствии с табл. 1.

Таблица 1

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентрации метилформиата

Номер раствора для градуировки	1	2	3	4	5
Объем рабочего раствора (с = 1 мг/см ³), см ³	0,009	0,013	0,026	0,065	0,130
Масса метилформиата, мг	0,009	0,013	0,026	0,065	0,130

Флакон плотно закрывают, помещают в водяную баню с температурой 50 °С (±1 °С) и выдерживают 10 мин, после чего нагретым медицинским шприцем отбирают 2,0 см³ рав-

новесной паровой фазы и хроматографируют в следующем режиме:

температура термостата колонок	70 °С
температура детектора	70 °С
температура испарителя	100 °С
расход газа-носителя (аргона)	25 см ³ /мин
расход водорода	25 см ³ /мин
расход воздуха	250 см ³ /мин
скорость движения диаграммной ленты	200 мм/ч
время удерживания метилформиата	2 мин 48 сек.

На хроматограмме рассчитывают высоты пиков метилформиата и по средним значениям из 5-ти измерений устанавливают градуировочную характеристику, выражающую зависимость высоты пика (мм) от массы (мкг) метилформиата. 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. Два последовательно соединенных поглотителя Рыхтера ЗР, содержащих каждый по 15 см³ дистиллированной воды, помещают в лед и соединяют с аспиратором для отбора воздушных проб. Пропускают воздух со скоростью 10 дм³/мин в течение 25 мин. Затем поглотители отсоединяют от аспиратора, герметизируют концы заглушками и переносят в лабораторию. Анализируют в день отбора.

8. Выполнение измерений

После отбора пробы воздуха жидкость из поглотительных сосудов переливают в стеклянный флакон, в случае необходимости доводят уровень до 25 см³, вносят 6,0 г хлорида натрия, плотно закрывают и анализируют согласно п. 7.3 настоящей методики.

На хроматограмме измеряют высоту пика и по градуировочной характеристике определяют массу метилформиата в пробе (мг).

9. Вычисление результатов измерений

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

$$C = \frac{m \cdot 1000}{V}, \text{ где}$$

m – масса метилформиата в пробе, найденная по градуировочной характеристике, мг;

V – объем отобранного воздуха, приведенный к нормальным условиям, дм^3 ;

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

V_t – объем воздуха, отобранный для анализа, дм^3 ;

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

t – температура воздуха в месте отбора пробы, $^{\circ}\text{C}$.

Методические указания разработаны Л. И. Гостевой, В. М. Старовой, В. Н. Поляковой (ВНИИ и проектный институт мономеров, г. Тула).

**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