

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., 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 -аминофенилуксусной 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 бензазола 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 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-нафталя 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 4.1.625—96

Дата введения – с момента утвер-
ждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методические указания по газохроматографическому определению метилового эфира дихлоруксусной кислоты в атмосферном воздухе

Настоящие методические указания устанавливают газохро-
матографическую методику количественного химического
анализа атмосферного воздуха для определения в нем содер-
жания метилового эфира дихлоруксусной кислоты в диапазоне
концентраций 0,02—0,4 мг/м³.

C₃H₄O₂Cl₂

Мол. масса 112

Метилловый эфир дихлоруксусной кислоты – бесцветная
прозрачная жидкость со специфическим запахом. Плотность –
1,3808 г/см³, температура – кипения 143 °С, летучесть –
20,53 г/дм³. Хорошо растворим в спирте, ацетоне, хлорор-
ганических углеводородах. В воздухе находится в виде паров.

Метилловый эфир дихлоруксусной кислоты обладает раздра-
жающим действием, относится к 3-му классу опасности.
ПДКм.р. для атмосферного воздуха населенных мест –
0,04 мг/м³.

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 $\pm 22\%$, при доверительной вероятности - 0,95.

2. Метод измерений

Измерения концентрации метилового эфира дихлоруксусной кислоты выполняют методом газожидкостной хроматографии с использованием детектора по захвату электронов. Концентрирование метилового эфира дихлоруксусной кислоты из воздуха осуществляют на твердый сорбент. Десорбцию вещества с сорбента проводят ацетоном. Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы - 0,0015 мкг. Определению не мешает трихлорэтилен.

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 детектором по захвату электронов	
Барометр-анероид М-67	ТУ 2504-1797-75
Весы аналитические лабораторные ВЛА-200	ГОСТ 24104-80Е
Линейка измерительная	ГОСТ 17435-72
Лупа измерительная	ГОСТ 8309-75
Меры массы, 1-го кл.	ГОСТ 7328-82Е
Микрошприц МШ-10	ГОСТ 8043-74
Посуда мерная стеклянная	ГОСТ 1770-74Е, 20292-74Е
Секундомер СДС пр-1-2-000	ГОСТ 5072-79
Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2; пределы 0—100 °С, цена деления 1 °С	ГОСТ 215-73Е
Электроаспиратор М-822, погрешность $\pm 10\%$	ТУ 64-1-862-77

3.2. Вспомогательные устройства

Дистиллятор	ТУ 61-1-721-79
Редуктор кислородный	ТУ 26-05-235-70

Сорбционные трубки из стекла длиной 100 мм и внутренним диаметром 3 мм

Хроматографическая колонка стеклянная длиной 1 м и внутренним диаметром 3 мм

3.3. Материалы

Азот сжатый, о. с. ч.	ГОСТ 9293-74
Пенициллиновые флаконы с пробками ФО-20 АБ-1	ТУ 64-2-10-77
Стекловата или стекловолокно	
Стекланные заглушки	

3.4. Реактивы

Ацетон, ч. д. а.	ГОСТ 2603-79
Азотнокислое серебро, х. ч.	ГОСТ 1277-75
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-77
Гексан	ТУ 6-09-3375-88
Кислота азотная концентрированная, х. ч.	ГОСТ 4461-77
Кислота соляная концентрированная, х. ч.	ГОСТ 3118-77
Метилловый эфир дихлоруксусной кислоты, ч.	ТУ 6-09-11-837-77
Насадка для хроматографической колонки 15 % реоплекс 400, нанесенный на хроматон N-AW- DMCS фракция 0,2—0,25 мм (готовая фаза)	
Уголь активированный, фракция 0,25 мм	

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 метилового эфира дихлоруксусной кислоты для градуировки ($c = 10$ мг/см³). 250 мг метилового эфира дихлоруксусной кислоты вносят в колбу вместимостью 25 см³, доводят до метки ацетоном и тщательно перемешивают. Срок хранения - 1 месяц.

Рабочий раствор метилового эфира дихлоруксусной кислоты для градуировки ($c = 0,1$ мг/см³). 1,0 см³ исходного раствора метилового эфира дихлоруксусной кислоты вносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки ацетоном и тщательно перемешивают. Срок хранения - 1 месяц.

Азотнокислое серебро 1 % раствор. 1,0 г азотнокислого серебра растворяют в 99 см³ дистиллированной воды.

Кислота азотная 10 % раствор. 11,1 см³ азотной кислоты добавляют к 89,0 см³ дистиллированной воды.

7.2. Подготовка хроматографической колонки и сорбционной трубки

Хроматографическую колонку и сорбционную трубку перед заполнением готовой насадкой промывают дистиллированной водой, гексаном, высушивают в токе инертного газа. Заполнение хроматографической колонки проводят под вакуумом. Концы колонки закрывают стекловатой и, не подключая к детектору, кондиционируют в токе газа-носителя (азота) с расходом 40 см³/мин при температуре 180 °С в течение 18 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 200 мг активированного угля. Для активации уголь заливают соляной кислотой 1 : 1, кипятят 3 ч, затем отмывают дистиллированной водой до отрицательной реакции ионов хлора. Для этого отбирают 5,0 см³ фильтрата, доливают 1,0 см³ 10 % раствора азотной кислоты и 1,0 см³ 1 % раствора азотнокислого серебра. При отрицательной реакции на ионы хлора обработанный уголь высушивают при 105 °С и активируют при 400 °С в течение 2-х часов. Сорбент помещают в трубку, фиксируют с двух сторон стекловатой, закрывают заглушками и хранят в эксикаторе не более 2-х недель.

7.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают методом абсолютной градуировки на градуировочных растворах метилового эфира дихлоруксусной кислоты (эффективность сорбции-десорбции активированным углем составляет 95 %). Она выражает зависимость площади пика на хроматограмме (мм²) от массы метилового эфира дихлоруксусной кислоты (мкг) и строится по 5-ти сериям стандартных растворов для градуировки. Каждую серию, состоящую из 6-ти градуировочных растворов готовят в мерных колбах вместимостью 100 см³. Для этого в каждую колбу вносят рабочий раствор для градуировки в соответствии с табл. 1, доводят объем до метки ацетоном и тщательно перемешивают.

Таблица 1

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентрации метилового эфира дихлоруксусной кислоты

Номер раствора для градуировки	1	2	3	4	5	6
Объем рабочего раствора (с = 0,1 мг/см ³), см ³	0,75	1,5	5,0	7,5	10,0	15,0
Содержание метилового эфира дихлоруксусной кислоты в 2 мм ² , мкг	0,0015	0,003	0,01	0,015	0,02	0,03

В испаритель хроматографа вводят по 2,0 мм³ каждого градуировочного раствора и анализируют в следующих условиях:

МУК 4.1.625—96

температура термостата колонок	130 °С
температура испарителя	190 °С
температура детектора	150 °С
расход газа-носителя (азот)	60 см ³ /ч
чувствительность электрометра	256 · 10 ⁻¹¹ А
скорость движения диаграммной ленты	15 мм/ч
время удерживания метилового эфира дихлоруксусной кислоты	1 мин 15 сек

На полученной хроматограмме рассчитывают площади пиков метилового эфира дихлоруксусной кислоты и по средним результатам из 5-ти измерений строят градуировочную характеристику. 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 со скоростью 1,0 дм³/мин через параллельно соединенные сорбционные трубки в течение 15 мин. После отбора пробы концы трубки закрывают заглушками. Срок хранения отобранных проб - не более 1-х суток.

8. Выполнение измерений

После отбора проб активированный уголь из сорбционных трубок переносят в пенициллиновые флаконы, заливают 1,0 см³ ацетона и выдерживают в течение 10 мин, периодически встряхивая флакон, отбирают микрошприцем через пробку 5,0 мм³ раствора и вводят в испаритель хроматографа на анализ в условиях построения градуировочной характеристики. На хроматограмме рассчитывают площадь пика и по градуировочной характеристике определяют массу метилового эфира дихлоруксусной кислоты в пробе.

9. Вычисление результатов измерений

Концентрацию метилового эфира дихлоруксусной кислоты в атмосферном воздухе (мг/м³) вычисляют по формуле:

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

m - масса метилового эфира дихлоруксусной кислоты в пробе, найденная по градуировочной характеристике, мкг;

V_1 - общий объем экстракта, мм³;

V_2 - объем пробы, введенной в хроматограф, 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 Макеевой Е. П., Солдатенковой Н. А. (Российская медицинская академия последиplomного образования, г. Москва).

**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