

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 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-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 4.1.610—96

Дата введения – с момента утвер-
ждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методические указания по газохроматографическому определению диметилизофталата в атмосферном воздухе

Настоящие методические указания устанавливают газохро-
матографическую методику количественного химического
анализа атмосферного воздуха для определения в нем содер-
жания диметилизофталата в диапазоне концентраций 0,008—
0,100 мг/м³.

C₁₀H₁₀O₄

Мол. масса 194,19

Диметилизофталат (диметиловый эфир 1,3-бензолдикарбо-
новой кислоты) – бесцветные кристаллы. Температура плавл-
ения – 68 °С, температура кипения – 124 °С. Растворяется в
спиртах, хлороформе, диоксане, четырёххлористом углероде. В
воде не растворяется. В воздухе может находиться в виде
аэрозоля.

Диметилизофталат обладает общетоксичным действием,
относится к 2-му классу опасности. ПДКс.с. для атмосферного
воздуха населенных мест – 0,01 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 $\pm 21\%$, при доверительной вероятности 0,95.

2. Метод измерений

Измерения концентрации диметилизофталата выполняют методом газожидкостной хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием. Концентрирование из воздуха осуществляют на фильтр АФА. Экстракцию диметилизофталата с фильтра проводят четыреххлористым углеродом.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы – 8 мкг.

Определению не мешают: бензойная, п-толуиловая, терефталевая и ортофталевая кислоты и их метиловые эфиры в количествах до 10 ПДК их содержания в воздухе.

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 типа «Эжектор», позволяющее отбирать пробу с необходимой скоростью 40 дм³/мин

Барометр-анероид М-67

Весы аналитические ВЛА-200

Колбы мерные вместимостью 500 и 100 см³, 2-го кл. точности, с погрешностью 0,2 см³

Линейка масштабная

Меры массы Г-2-210, 2 кл.

Микрошприц МШ-10

Пипетки вместимостью 0,1 и 1,0 см³, 2 кл.

Секундомер 2-го кл. точности

Термометр лабораторный шкальный, ТЛ-2

ТУ 2504-1797-75

ГОСТ 24104-80

ГОСТ 1770-74

ГОСТ 17435-72

ГОСТ 7328-82

ТУ 2.838-106

ГОСТ 20292-74Е

ГОСТ 5072-79

ГОСТ 215-73Е

3.2. Вспомогательные устройства

Баня водяная

Бюкс СВ-23/12

ТУ 61-1-28-50-76

ГОСТ 25336-12

Вакуумный насос	ТУ 26-06-459-69
Дистиллятор	ТУ 61-1-721-79
Редуктор водородный	ТУ 26-05-463-76
Редуктор кислородный	ТУ 26-05-235-70
Хроматографическая колонка из стекла или стали длиной 2 м и внутренним диаметром 3 мм	ГОСТ 16285-80
Чашка фарфоровая № 3	ГОСТ 9147-80

3.3. Материалы

Аргон (или другой инертный газ) сжатый	ГОСТ 10157-79
Водород сжатый	ГОСТ 3922-80
Воздух сжатый	ГОСТ 17433-80
Стекловата	
Стеклянные заглушки	
Фильтры пористые АФА-ВП-20	ТУ 96-7186-70

3.4. Реактивы

Апиезон L (производство США)	
Ацетон, х. ч.	ГОСТ 2603-79
Бентон-34 (производство США)	
Диметилизофталат, ч.	ТУ 6-09-5156-84
Дипропиладипинат, ч.	МРТУ 6-09-1939-64
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-77
Хроматон N-AW зернением 0,315—0,400 мм или его аналог	
Хлороформ, х. ч.	ГОСТ 20015-74
Четыреххлористый углерод, ч. д. а.	ГОСТ 20288-74
Этанол, х. ч.	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, 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 диметилизофталаата для градуировки ($c = 0,5 \text{ мг/см}^3$): 50 мг диметилизофталаата вносят в колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки этиловым спиртом и перемешивают. Срок хранения - около года.

Стандартный раствор дипропиладипината ($c = 0,05 \text{ мг/см}^3$). 25 мг дипропиладипината вносят в колбу вместимостью 500 см³, доводят до метки этиловым спиртом и перемешивают. Срок хранения - около года.

7.2. Подготовка хроматографической колонки

Сорбент для хроматографической колонки готовят из 10 % Бентона-34 и 4 % Апиезона L на хроматоне N-AW. С этой целью взвешивают 1,0 г Бентона-34, 0,4 г Апиезона L, помещают их в фарфоровую чашку и заливают 50 см³ хлороформа. После растворения вносят 10,0 г хроматона N-AW и выпаривают растворитель на водяной бане при постоянном помешивании до сыпучего состояния.

Стальную или стеклянную разделительную колонку, промытую ацетоном, этиловым спиртом и высушенную, при помощи вакуумного насоса заполняют охлажденной набивкой. Затем

колонку закрепляют в термостате хроматографа, не присоединяя к детектору, и кондиционируют в токе газа-носителя с расходом $40 \text{ см}^3/\text{мин}$ при повышении температуры термостата колонок от 80 до $190 \text{ }^\circ\text{C}$ со скоростью $1 \text{ }^\circ\text{C}/\text{мин}$. При температуре $190 \text{ }^\circ\text{C}$ 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 внутреннего стандарта с учетом градуировочного коэффициента на градуировочных растворах диметилизофталата. С этой целью готовят 5-ти серий растворов для градуировки. Каждую серию, состоящую из 5-ти градуировочных растворов, готовят в бюксах вместимостью $5,0 \text{ см}^3$. В бюксы помещают фильтр АФА-ВП-20, на который наносят по $0,016-0,02-0,04-0,1-0,2 \text{ см}^3$ исходного раствора диметилизофталата, что соответствует его содержанию $0,008-0,010-0,020-0,050-0,100 \text{ мг}$ соответственно и добавляют $2,0 \text{ см}^3$ четыреххлористого углерода. В течение 2 мин проводят экстракцию, затем фильтр извлекают из бюкса и вносят $0,5 \text{ см}^3$ стандартного раствора дипропиладипината (внутренний стандарт). Раствор выпаривают в потоке воздуха в вытяжном шкафу до объема примерно $0,2 \text{ см}^3$. В испаритель прибора вводят по $1-3 \text{ мм}^3$ каждого градуировочного раствора и анализируют в следующих условиях:

температура термостата колонок и детектора	$160 \text{ }^\circ\text{C}$
температура испарителя	$280 \text{ }^\circ\text{C}$
расход газа-носителя (аргона)	$40 \text{ см}^3/\text{мин}$
расход водорода	$30 \text{ см}^3/\text{мин}$
расход воздуха	$300 \text{ см}^3/\text{мин}$
скорость движения диаграммной ленты	$600 \text{ мм}/\text{ч}$
время удерживания диметилизофталата	$2 \text{ мин } 13 \text{ сек}$

На хроматограмме рассчитывают площади пиков диметилизофталата и внутреннего стандарта (дипропиладипината). Вычисляют градуировочный коэффициент по формуле:

$$K = \frac{S_{cm} \cdot m}{S \cdot m_{cm}}, \text{ где}$$

m , mct – масса диметилизофталата и дипропиладипината, внесенная в бюкс, мг;

S , Sct – площадь пиков диметилизофталата и дипропиладипината, mm^2 .

Проверку градуировочного коэффициента проводят 1 раз в квартал или при смене партии реактивов.

7.4. Отбор проб

Отбор проб воздуха проводят согласно ГОСТу 17.2.3.01-86, на фильтр АФА, укрепленный в фильтродержателе, со скоростью 40 dm^3/min в течение 20 мин. Фильтр извлекают из фильтродержателя, помещают в бюкс и переносят в лабораторию. Срок хранения пробы – 3 суток.

8. Выполнение измерений

В бюкс с фильтром добавляют 2,0 cm^3 четыреххлористого углерода и через 2 мин экстракции фильтр извлекают. В экстракт вносят 0,5 cm^3 стандартного раствора дипропиладипината и далее пробу обрабатывают так, как указано в п. 7.3.

На хроматограмме рассчитывают площади пиков диметилизофталата и дипропиладипината.

9. Вычисление результатов измерений

Концентрацию диметилизофталата в атмосферном воздухе (mg/m^3) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{S \cdot mct \cdot K \cdot 1000}{Sct \cdot V_0}, \text{ где}$$

V_0 – объем пробы воздуха, приведенный к нормальным условиям, dm^3 ;

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

V_t – объем пробы воздуха, dm^3 ;

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

t – температура воздуха при отборе проб, $^{\circ}C$.

Методические указания разработаны Л. И. Гостевой, Л. Н. Волченковой (ВНИПИ 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