

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

M54

M54 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., Растворников 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**

МУК 4.1.591—4.1.645—96, 4.1.662—97, 4.1.666—97

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 аминофенилуксусной 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 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 беназола 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 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-нафтола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.628—96	297
Методические указания по фотоколориметрическому определению нитрилов (С10—С16) 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, хлорводорода 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 государствен-
ного 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.

МУК 4.1.591—4.1.645—96, 4.1.662—97, 4.1.666—97

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 круглогодичном 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 газохроматографическую методику количественного химического анализа атмосферного воздуха для определения в нем содержания 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 °C; температура кипения – 31,5 °C, плотность – 1,0031 г/см³ (0 °C); упругость пара – 400 мм рт. ст. (16 °C). Хорошо растворяется в спиртах, эфирах, углеводородах, в воде – 30,4 г/100 г (20 °C).

Метилформиат оказывает токсическое действие на центральную 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 распространены без разрешения Департамента госсанэпиднадзора Минздрава России.

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

1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей ±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, диметилизофтальт, 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

Микрошиприц МШ-10

Посуда стеклянная лабораторная

Секундомер СДС пр-1-2-000

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

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

МУК 4.1.627—96

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 аспиратор)

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

Стеклянный флакон с навинчивающейся пробкой и вставкой из самоудлотняющейся 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 стекловолокно

Стеклянные 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 20M) или его аналог – неподвижная жидккая 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 ($c = 1 \text{ мг}/\text{см}^3$) 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-HMCS. Для приготовления насадки в фарфоровой чашке взвешивают 1,6 г ПЭГ

МУК 4.1.627—96

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 градиуровочной характеристики

Градиуровочную характеристику устанавливают методом абсолютной градиуровки на градиуровочных растворах метилформиата. Для этого готовят 5-ти серий растворов для градиуровки. 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 микрошиприца рабочий раствор метилформиата в соответствии с табл. 1.

Таблица 1

Растворы для установления градиуровочной характеристики при определении концентрации метилформиата

Номер раствора для градиуровки	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 °C
температура детектора	70 °C
температура испарителя	100 °C
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 реагентов.

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 заглушкиами 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, $^\circ\text{С}$.

Методические указания разработаны Л. И. Гостевой, В. М. Староверовой, 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.

Подписано в печать 17.09.97

Формат 60x88/16.

**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**