Государственная система санитарно-эпидемиологического нормирования Российской Федерации

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

gost.e-ecolog.ru

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 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, О-толуидина, N-этиланилина, N,N-диэтиланилина, N-этил-О-толуидина, N,N-диэтил-М-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

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 метилтолуилата в атмосферном воздухе. МУК 4.1.626—96 282

Методические указания по газохроматографическому определению метилформиата в атмосферном воздухе. МУК 4.1.627—96 290

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, 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 – заместитель Главного государственного санитарного врача Российской Федерации

С. В. Семенов

31 октября 1996 г.

Дата введения – с момента утверждения

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 привышающей 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 – заместителем Главного государственного санитарного врача Российской Федерации
31 октября 1996 г.
МУК 4.1.644—96
Дата введения – с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методические указания по газохроматографическому определению п-хлорфенола в атмосферном воздухе

Настоящие методические указания устанавливают газохроматографическую методику количественного химического анализа атмосферного воздуха для определения в нем содержания п-хлорфенола в диапазоне концентраций 0,0015—0,0300 мг/м^3.

ClC_6H_4OH Мол. масса 128,56

п-Хлорфенол – белое кристаллическое вещество, температура плавления – 43 °С, температура кипения – 217 °С. Хорошо растворим в этиловом спирте, диэтиловом эфире, бензоле. В воде нерастворим. В воздухе находится в виде паров и аэрозоля.

п-Хлорфенол обладает общетоксичным и раздражающим действием. ПДКс.с. п-хлорфенола в атмосферном воздухе населенных мест – 0,003 мг/м^3, ПДКм.р. – 0,0015 мг/м^3.

Издание официальное

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

1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей ±17,6 %, при доверительной вероятности 0,95.

2. Метод измерений

Измерение концентрации парахлорфенола выполняют методом газожидкостной хроматографии с использованием детектора электронного захвата или постоянной скорости рекомбинации.

Концентрирование п-хлорфенола из воздуха осуществляют на активированный уголь. Десорбцию п-хлорфенола с угля проводят бензолом, переводят в п-хлорфениловый эфир и анализируют.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы – 0,0005 мкг.

Определению не мешают: гексахлорциклогексан, кельтан, фозалон, антио и рогор.

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 электронного захвата или постоянной скорости рекомбинации	
Аспирационное устройство, модель 822	МРТУ 42-862-64
Барометр-анероид М-67	ТУ 2504-1797-75
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104-80Е
Линейка измерительная	ГОСТ 17435-72
Лупа измерительная	ГОСТ 8309-75
Меры массы, 1 кл.	ГОСТ 7328-82
Микрошприц МШ-10	ГОСТ 8043-74
Посуда мерная стеклянная	ГОСТ 1770-74Е, 20292-74Е
Секундомер 2-го кл. точности	ГОСТ 5072-79
Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2; пределы 0—55 °С; цена деления 1 °С	ГОСТ 215-73Е

3.2. Вспомогательные устройства

Аквадистиллятор	ТУ 61-1-721-79
Баня водяная	ТУ. 64-1-2850-76
Вакуумный компрессор марки ВН-461М	
Воронка делительная	ГОСТ 10054-75
Редуктор кислородный	ТУ 26-05-235-70
Ротационный испаритель ИР-1	МРТ 42-2589-66
Сорбционные стеклянные трубки длиной 6 см и внутренним диаметром 0,4 см	
Хроматографическая колонка стеклянная длиной 1 м и внутренним диаметром 3 мм	
Холодильник обратный	

3.3. Материалы

Азот сжатый	ГОСТ 9293-74
Стекловата	

3.4. Реактивы

Ацетон, ч. д. а.	ГОСТ 2603-79
Бензол, х. ч.	ГОСТ 5955-81
Дистиллированная вода	ГОСТ 6709-77
Гексан, х. ч.	ТУ 6-09-4521-77
Диметилсульфат	
Натрия сульфат, безводный, ч. д. а.	ГОСТ 4166-76
Натрия хлорид, ч. д. а.	ГОСТ 4233-77
SE-30, 5 % на хроматоне N-Super, фр. 0,16—0,20 мм (готовая насадка для газовой хроматографии, производство Чехия)	
Спирт метиловый, х. ч.	ГОСТ 6995-77
Спирт этиловый, х. ч.	ТУ 6-09-1710-77
Уголь активированный, марки ОУ-А	
п-Хлорфенол, ч.	ТУ 6-09-1788-77

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 соот-

ветствии с ГОСТом 12.1.019-79 и инструкцией по эксплуатацию 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 стандартных 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 п-хлорфенола для градуировки (с = 0,5 мг/см^3). 50 мг п-хлорфенола вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки этиловым спиртом и тщательно перемешивают. Срок хранения – 1 месяц в холодильнике.

Рабочий раствор п-хлорфенола для градуировки (с = 0,005 мг/см^3). 1,0 см^3 исходного раствора вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки этиловым спиртом и тщательно перемешивают. Срок хранения – 1 месяц в холодильнике.

Натрия хлорид, насыщенный раствор. 30 г натрия хлорида вносят в химический стакан вместимостью 100 см^3 и растворяют в 70 см^3 дистиллированной воды.

Диметилсульфат, 5 % раствор в абсолютном метиловом спирте. 3,8 см^3 диметилсульфата растворяют в 100 см^3 абсолютного метилового спирта.

7.2. Подготовка хроматографической колонки и сорбционной трубки

Хроматографическую колонку и сорбционную трубку перед заполнением насадками промывают дистиллированной водой, ацетоном, гексаном, высушивают в токе азота. Заполнение хроматографической колонки насадкой проводят под вакуумом. Концы колонки закрывают стекловатой и, не подключая к детектору, кондиционируют в токе газа-носителя (азота) с расходом 2000 $см^3$/ч при температуре 240 °С в течение 16—20 ч. После охлаждения колонку подключают к детектору, записывают нулевую линию в рабочем режиме. При отсутствии дрейфа нулевой линии колонка готова к работе. Сорбционные трубки заполняют 100—200 мг активированного угля. Сорбент фиксируют в трубке с двух сторон стекловатой, закрывают заглушками и хранят в закрытых склянках не более 1 месяца.

7.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают методом абсолютной градуировки на градуировочных растворах п-хлорфенола. Она выражает зависимость высоты пика на хроматограмме ($мм^2$) от массы п-хлорфенола (мкг) и строится по 5-ти сериям растворов для градуировки. Каждую серию, состоящую из 5-ти градуировочных растворов, готовят в мерных колбах вместимостью 25 $см^3$. Для этого в каждую колбу вносят рабочий раствор для градуировки в соответствии с табл. 1, доводят объем этиловым спиртом до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 1

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентрации п-хлорфенола

Номер раствора для градуировки	1	2	3	4	5
Объем рабочего раствора (с = 0,005 мг/$см^3$), $см^3$	0,1	0,2	0,5	1,0	2,0
Масса в 5 $мм^3$ гексана, мкг	0,0005	0,001	0,0025	0,005	0,01

5 $см^3$ градуировочного раствора помещают в колбу ротационного испарителя и выпаривают досуха. К сухому остатку приливают 3,0 $см^3$ 5 % раствора диметилсульфата в

абсолютном метиловом спирте, прибавляют 1,0 г безводного сульфата натрия. Присоединяют к колбе обратный холодильник и помещают ее на 10 мин в водяную баню при температуре 55 °С. После окончания реакции метилирования содержимое колбы охлаждают, прибавляют 3,0 $см^3$ насыщенного водного раствора хлористого натрия, 1,0 $см^3$ гексана несколько раз энергично встряхивают и после разделения слоев отбирают для анализа органическую фазу.

В испаритель хроматографа вводят 5 $мм^3$ органической фазы и анализируют в следующих условиях:

температура термостата колонки	80 °С
температура испарителя	150 °С
температура детектора	150 °С
расход газа-носителя (азота)	2 $дм^3$/ч
чувствительность шкалы электрометра	$1 \cdot 10^{-11}$ А
скорость движения диаграммной ленты	10 мм/мин
время удерживания п-хлорметилфенилового эфира	1 мин 30 сек
время удерживания гексана	10 сек

На хроматограмме измеряют высоту пиков п-хлорметилфенилового эфира и по средним значениям из 5-ти серий устанавливают 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. Воздух со скоростью 1,0 $дм^3$/мин аспирируют через 2-е параллельно соединенные сорбционные трубки, в течение 30 мин. После отбора пробы концы трубки закрывают заглушками. Срок хранения отобранных проб – не более 3 дней.

8. Выполнение измерений

Активированный уголь из сорбционных трубок высыпают в химический стакан вместимостью 50 $см^3$, добавляют 10—15 $см^3$ бензола и в течение часа экстрагируют п-хлорфенол. Экстракт количественно переносят в колбу ротационного испарителя и далее проводят анализ в условиях, указанных в разделе 7.3. На хроматограмме измеряют высоту пика и по градуировочной характеристике определяют массу п-хлорфенола в пробе.

9. Вычисление результатов измерений

Концентрацию п-хлорфенола в атмосферном воздухе (мг/м^3) вычисляют по формуле:

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

m – масса п-хлорфенола в пробе, найденная по градуировочной характеристике, мкг;

V_1 – общий объем экстракта, см^3;

V_2 – объем пробы, введенной в хроматограф, см^3;

V_0 – объем отобранного воздуха, приведенный к нормальным условиям, дм^3;

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

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, °С.

Методические указания разработаны Тарасовым В. В., Ахуповым Н. Ш. (НИИСГПЗ МЗ Узбекистан, г. Ташкент).

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

Тираж 5000 экз. 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

gost.e-ecolog.ru