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 4.1.637—96
Дата введения – с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методические указания по газохроматографическому определению толуола в атмосферном воздухе

Настоящие методические указания устанавливают газохроматографическую методику количественного химического анализа атмосферного воздуха для определения в нем содержания толуола в диапазоне концентраций 0,48—6,0 мг/м^3.

$C_6H_5CH_3$ Мол. масса 92,14

Толуол (метилбензол) – бесцветная, легковоспламеняющаяся жидкость с резким запахом. Толуол хорошо растворим в этаноле, эфире, в хлороформе, ледяной уксусной кислоте, ацетоне, сероуглероде, в воде – 0,047 %. Температура кипения – +110,6 °С.

В воздухе находится в виде паров.

Толуол обладает слабым наркотическим действием: ПДК в воздухе населенных мест – 0,6 мг/м^3.

1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей ±20 %, при доверительной вероятности 0,95.

Издание официальное

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

2. Метод измерений

Измерение концентрации толуола выполняют методом газожидкостной хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы – (2 $см^3$) 0,4 нг.

Мешающее влияние таких соединений как уксусная кислота, пиридин, фенол, уксусный ангидрид, этилформиат, формальдегид, малоновый эфир, бутиловый спирт, изобутиловый спирт, этиловый спирт, метиловый спирт, диэтиловый спирт, изопропиловый спирт, муравьиная кислота, ацетон, нитроакриловая кислота устраняют установкой перед пробоотборной системой поглотителя с ангидроном.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы.

3.1. Средства измерений

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором	
Барометр-анероид М-67	ТУ 2504-1797-75
Весы лабораторные аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104-80
Линейка измерительная	ГОСТ 17435-72
Лупа измерительная	ГОСТ 8309-75
Меры массы	ГОСТ 7328-82Е
Секундомер	ГОСТ 9736-80
Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2; пределы 0—55 °С, цена деления 1 °С	ГОСТ 215-73Е
Установка динамическая «Микрогаз»	
Шприцы цельностеклянные вместимостью 100 $см^3$ и 5 $см^3$	ТУ 64-1-1279-80

3.2. Вспомогательные устройства

Хроматографическая колонка стальная длиной 2 м и внутренним диаметром 2 мм	
Набор сит «Физприбор»	ТУ 2609-262-69
Посуда фарфоровая лабораторная	ГОСТ 9147-80Е
Редуктор водородный	ТУ 26-05-463-76

Редуктор кислородный	ТУ 26-05-235-70
Стеклянная трубка длиной 105 мм и внутренним диаметром 3 мм	
Шкаф сушильный	ТУ 26-05-25-70
Эксикатор	ГОСТ 23932-79Е

3.3. Материалы

Азот сжатый	ГОСТ 9293-74
Воздух сжатый	ГОСТ 11882-73
Водород сжатый	ГОСТ 3022-89
Стекловата или стекловолокно	
Стеклянные заглушки	

3.4. Реактивы

Магний хлорнокислый 6-водный (ангидрон)	ТУ 6-09-2735-73
Толуол для хроматографии	ГОСТ 14710-78
Спирт этиловый спирт, х. ч.	ГОСТ 18300-87
10—15 % 1,2,3-трис-в-цианэтоксипропан на Хроматоне N-AW (0,16—0,20 мм) – насадка для хроматографической колонки	

4. Требования безопасности

4.1. При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работ 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, имеющих опыт 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 поглотителя для улавливания органических примесей, подготовка хроматографической колонки, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

7.1. Приготовление поглотителя для улавливания органических примесей (ангидрона)

Кристаллогидрат магния хлорнокислого $Mg(CL_4O_2)\cdot 6H_2O$ нагревают в сушильном шкафу в фарфоровой чашке. При 145—147 °С кристаллы плавятся в кристаллизационной воде, и по мере удаления воды, жидкость затвердевает в пористую массу тригидрат $Mg(CL_4O_2)\cdot 3H_2O$.

Во время затвердевания препарат энергично перемешивают, затем температуру повышают до 200 °С (но не выше 230 °С) и расплавленную соль при этой температуре выдерживают 4 ч. После охлаждения в эксикаторе наполнитель измельчают в фарфоровой ступке, отсеивают фракцию 0,25—0,50 мм и заполняют стеклянную трубку. Слой наполнителя закрепляют тампонами из стекловаты и меняют через каждые 30 анализов. Подготовленные трубки хранят в эксикаторе. Срок хранения – 1 месяц.

7.2. Подготовка хроматографической колонки

Для определения концентрации толуола используют готовые заполненные насадкой колонки, которые в комплекте с хроматографом поставляются заводом-производителем. Перед выполнением анализа колонку кондиционируют в токе газа-носителя согласно инструкции, записывают нулевую линию в рабочем режиме. При отсутствии мешающих влияний колонка готова к работе.

7.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают с помощью градуировочного коэффициента на 5-ти градуировочных смесях различной концентрацией толуола, равномерно распределенных по диапазону измерений: 0,4—0,8—1,5—3,0—6,0 мг/м^3. 2,0 см^3 каждой смеси вводят не менее 5-ти раз в испаритель хроматографа и анализируют при следующих условиях:

температура термостата колонок	80 °С
температура испарителя	150 °С
температура детектора	150 °С
расход газа-носителя (гелия)	25 см^3/мин
расход водорода	30 см^3/мин
расход воздуха	300 см^3/мин
время удерживания толуола	3 мин
эффективность колонки по додекану не менее	600 т. т./м

На полученной хроматограмме рассчитывают величины площадей пиков. Приведенное значение площади пика рассчитывают по формуле:

$$S_i = \overline{S} \cdot M \text{, где}$$

$\overline{S}$ – среднее значение площади пика градуировочной смеси, мм^2;

М – масштаб ослабления выходного сигнала.

Данная операция повторяется для каждой градуировочной смеси.

Градуировочный коэффициент рассчитывают по формуле:

$$K = \frac{\sum_{i=1}^{n} (C_i / S_i)}{n} \text{, где}$$

C_i – концентрация толуола в градуировочной смеси, мг/м^3;

S_i – приведенное значение площади пика для каждой концентрации, мм^2;

n – количество градуировочных смесей ($n \geq 5$).

7.4. Отбор проб

Отбор проб воздуха проводят согласно ГОСТу 17.2.3.01-86 в цельностеклянные шприцы вместимостью 100 $см^3$, десятикратным прокачиванием шприца воздухом. Для улавливания органических примесей, относящихся к классу альдегидов, кетонов, спиртов, карбоновых кислот и других кислородсодержащих соединений, перед шприцем устанавливается поглотитель с ангидридом.

После отбора пробы воздуха шприц отсоединяют от поглотителя с ангидридом и герметизируют стеклянной заглушкой.

Срок хранения пробы – не более 6 ч.

8. Выполнение измерений

Цельностеклянные шприцы с отобранными пробами перед анализом в течение 10 мин подогревают при температуре 50 °С и вводят 2 $см^3$ пробы в испаритель хроматографа на анализ. Можно осуществить ввод пробы краном-дозатором.

Анализ пробы воздуха проводят согласно п. 7.3.

Каждую пробу анализируют не менее 5-ти раз, затем рассчитывают величину приведенной площади полученных пиков.

9. Вычисление результатов измерений

Концентрацию толуола в анализируемой пробе (в $мг/м^3$) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{K \cdot S_i \cdot 760\,(273 + t)}{273 \cdot P}, \text{ где}$$

K – градуировочный коэффициент, $мг/мм^2 \cdot м^3$;

S_i – приведенная площадь пика на хроматограмме, $мм^2$;

t – температура проведения анализа, °С;

P – атмосферное давление, мм рт. ст.

Методические указания разработаны В. М. Пожидаевым, К. А. Пожидаевой (НПО «Биофармавтоматика», г. Нижний Новгород).

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