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 4.1.636—96
Дата введения – с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методические указания по определению тиомочевины в атмосферном воздухе методом тонкослойной хроматографии

Настоящие методические указания устанавливают методику количественного химического анализа атмосферного воздуха методом тонкослойной хроматографии для определения в нем содержания тиомочевины в диапазоне концентраций 0,008—0,16 мг/м^3.

$NH_2C(S)NH_2$ Мол. масса 76,11

Тиомочевина – белое кристаллическое вещество, температура плавления – 174—176 °С. При температуре кипения разлагается. Растворимость в воде (13 °С) – 9,18 г/100 см^3. Легко растворяется в этаноле, ацетоне; трудно – в диэтиловом эфире, этилацетоне; не растворяется в гексане. В воздухе находится в виде аэрозоля.

Угнетает функцию щитовидной железы, органов кровотворения, вызывает аллергические реакции. Предполагаемый ОБУВ для атмосферного воздуха – 0,01 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 ±17,7 %, при доверительной вероятности 0,95.

2. Метод измерений

Измерение концентрации тиомочевины выполняют методом тонкослойной хроматографии с УФ детектированием и денситометрическим количественным определением.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы – 0,2 мкг.

Определению не мешают: мочевина и ее производные, амины, карбоновые кислоты.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

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

3.1 Средства измерений

Барометр-анероид М-67	ТУ 2504-1797-75
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104-80Е
Денситометр любого типа	
Меры массы, 1-го кл.	ГОСТ 7328-82Е
Микрошприц МШ-10М	ГОСТ 8043-74
Посуда стеклянная лабораторная	ГОСТ 1770-74Е, 20292-74Е
Секундомер	ГОСТ 5072-79
Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2; пределы 0—55 °С, цена деления 1 °С	ГОСТ 215-73Е
Электроаспиратор ЭА-1	ТУ 25-11-1414-78

3.2 Вспомогательные устройства

Испаритель ротационный	
Дистиллятор	ТУ 61-1-721-79
Камера хроматографическая стеклянная типа СП-40	ГОСТ 25336-82Е
Камера для опрыскивания пластинок	ГОСТ 11413-70
Колбы грушевидные для отгонки растворителя	ГОСТ 25336-82Е

Пластины хроматографические «Силуфол» размером 150 х 150 мм (производство Чехия)	
Пульверизатор стеклянный	ГОСТ 10391-74
Фильтродержатель, изготовитель ВО «Изотоп»	

3.3. Материалы

Фильтр бумажный «синяя лента»	ТУ 6-09-1678-77

3.4. Реактивы

Аммиак водный, х. ч.	ГОСТ 3760-79
Ацетон, ч. д. а.	ГОСТ 2603-79
Гексан, ч.	ТУ 6-09-3375-78
Серебро азотнокислое, х. ч.	ГОСТ 1277-75
Этанол, х. ч.	ТУ 6-09-1710-77
Тиомочевина, х. ч.	ГОСТ 6344-73

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 работе с электроаспиратором следует соблюдать 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 старшего лаборанта, с опытом работы в тонкослойной хроматографии.

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 %.

7. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: приготовление растворов, построение стандартной шкалы, отбор проб.

7.1. Приготовление растворов

Исходный раствор тиомочевины для градуировки (с = 1 мг/см^3). 100 мг тиомочевины вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем до метки ацетоном и тщательно перемешивают. Раствор устойчив при хранении в холодильнике в течение месяца.

Рабочий раствор тиомочевины для градуировки (с = 0,05 мг/см^3). 5 см^3 исходного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем до метки ацетоном и тщательно перемешивают. Раствор устойчив в течение месяца при хранении в холодильнике.

Подвижная фаза для хроматографии. Смесь гексана, ацетона и водного аммиака в объемном соотношении 30 : 30 : 1. Готовят в хроматографической камере за 30 мин до анализа. Высота слоя подвижной фазы 0,5 см.

Проявляющий реагент. 2 % водный раствор нитрата серебра, 2 г нитрата серебра растворяют в 98 см^3 дистиллированной воды.

7.2. Построение стандартной шкалы

Стандартную шкалу строят по 5-ти сериям градуировочных растворов. Каждую серию, состоящую из 6-ти растворов, готовят в мерных колбах вместимостью 25 см^3. В каждую колбу вносят рабочий раствор согласно таблице, доводят объем до метки ацетоном и тщательно перемешивают. Растворы устойчивы в течение месяца при хранении в холодильнике.

Таблица 1

Растворы для построения стандартной шкалы при определении концентрации тиомочевины

Номер раствора для градуировки	1	2	3	4	5	6
Объем рабочего раствора (с = 0,05 мг/см^3), см^3	0,5	1,0	2,0	2,5	5,0	10,0
Масса тиомочевины в 0,2 см^3 (пятно), мкг	0,2	0,4	0,8	1,0	2,0	4,0

В 6 конических пробирок помещают по 0,2 см^3 каждого раствора для градуировки. На хроматографической пластине на расстоянии 15 мм от края намечают линию старта. Содержимое пробирок с помощью микрошприца или микропипетки наносят количественно на линию старта в виде отдельных пятен

диаметром не более 10 мм по обеим сторонам от ее центра (центр оставляют для нанесения пятна пробы) на расстоянии 15 мм друг от друга. Хроматографический анализ шкалы стандартов проводят одномоментно с анализом пробы в условиях изложенных в п. 8.

7.4. Отбор проб

Отбор проб воздуха проводят согласно ГОСТу 17.2.3.01-86. Воздух со скоростью 10 $дм^3$/мин аспирируют через бумажный фильтр, закрепленный в фильтродержателе, в течение 25 мин. Фильтр с отобранной пробой сворачивают трубочкой, помещают в пробирку. Срок хранения пробы в закрытых пробирках – в течение недели.

8. Выполнение измерений

Фильтр с пробой в пробирке заливают 10 $см^3$ смесью ацетона и этилового спирта в объемном соотношении 80 : 20 и экстрагируют при интенсивном встряхивании в течение 1—2 мин. Экстракцию повторяют дважды. Затем экстракты сливают в отгонную колбу и концентрируют с помощью ротационного испарителя до 2—3 $см^3$, а затем в слабом токе воздуха до 1—2 капель. Остаток растворяют в 2 $см^3$ смеси ацетон : гексан в объемном соотношении 1 : 2. В коническую пробирку переносят 0,2 $см^3$ этого раствора и количественно наносят его в центр линии старта на хроматографическую пластинку с предварительно нанесенной стандартной шкалой. Пластинку помещают в наклонном положении в хроматографическую камеру с подвижной фазой и развивают хроматограмму на высоту 10 см. Затем пластину вынимают из камеры, подсушивают на воздухе и опрыскивают из пульверизатора 2 % водным раствором азотнокислого серебра. Тиомочевина проявляется в виде серо-коричневых пятен с R_f 0,24±0,01 на белом фоне. Окраска пятен устойчива. Фон пластины не изменяется длительное время при хранении в темноте. Количество тиомочевины в пробе определяют с помощью денситометра, используя светофильтр с длинной волны 254 нм, по отношению интегральных значений содержания вещества в пятнах пробы и стандартной шкалы.

9. Вычисление результатов измерений

Концентрацию тиомочевины в атмосферном воздухе ($мг/м^3$) вычисляют по формуле:

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

m – масса тиомочевины, найденная в анализируемом объеме пробы, мкг;

V_1 – общий объем раствора пробы, $см^3$;

V_2 – объем анализируемого раствора пробы, $см^3$;

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 пробы воздуха, $дм^3$;

P – атмосферное давление в месте отбора пробы, мм рт. ст.;

t – температура воздуха в месте отбора пробы, °С.

Методические указания разработаны И. И. Пиленковой и Р. Г. Юрковой (ВНИ технологический институт гербицидов и регуляторов роста растений, г. Уфа).

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