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 4.1.630—96
Дата введения – с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методические указания по определению о-нитроанилина в атмосферном воздухе методом тонкослойной хроматографии

Настоящие методические указания устанавливают методику количественного химического анализа атмосферного воздуха для определения в нем содержания о-нитроанилина в диапазоне концентраций 0,0033—0,033 мг/м^3 методом тонкослойной хроматографии.

о-$C_6H_4NO_2NH_2$ Мол. масса 138,13

о-Нитроанилин – кристаллическое вещество оранжевого цвета, температура плавления – 71,5 °С. Растворим в хлороформе, ацетоне, этиловом спирте, бензоле. Растворимость в воде – 0,126 г/100 см^3 при 25 °С. В воздухе находится в виде аэрозоля и паров.

Поражает печень, сердечно-сосудистую и центральную нервную систему.

Ориентировочный безопасный уровень воздействия (ОБУВ) – 0,006 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 ±18 %, при доверительной вероятности 0,95.

2. Метод измерений

Измерения концентрации о-нитроанилина выполняют методом тонкослойной хроматографии с денситометрическим окончанием.

Концентрирование о-нитроанилина из воздуха осуществляют в сорбционные трубки. Десорбцию проводят водой, экстракцию о-нитроанилина – органическим растворителем.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы – 0,1 мкг.

Определению не мешают: анилин, м- и п-нитроанилины, нитробензол, галоидзамещенные анилины.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

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

3.1. Средства измерений

Барометр-анероид М-67	ТУ 2504-1797-75
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104-80Е
Денситометр	
Меры массы, 1-го кл.	ГОСТ 7328-82Е
Микрошприц МШ-10М	ГОСТ 8043-74
Посуда стеклянная лабораторная	ГОСТ 1770-74Е, 20292-74Е
Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2; пределы 0—55 °С, цена деления 1 °С	ГОСТ 215-73Е
Электроаспиратор ЭА-1, погрешность ±10 %, Госреестр № 5997-77	ТУ 25-11-1414-78

3.2. Вспомогательные устройства

Воронка делительная вместимостью 50 $см^3$	ГОСТ 25336-82Е
Груша резиновая	
Дистиллятор	ТУ 61-1-721-79
Камера хроматографическая стеклянная типа СП-40	ГОСТ 25336-82Е
Сорбционные трубки СК 212 или 312	

Стаканы вместимостью 50 $см^3$	ГОСТ 25336-82Е
Пластины хроматографические «Силуфол» размером 150 х 150 мм (производство Чехия)	
Пульверизаторы стеклянные	ГОСТ 10391-74

3.3. Материалы

Бумага индикаторная универсальная	ТУ 6-09-1181-76

3.4. Реактивы

Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-77
Бензол, х. ч.	ГОСТ 5955-75
Глицерин, ч.	ГОСТ 6259-75
Калия гидроксид, ч., производство ГДР	
Кислота серная, х. ч.	ГОСТ 4204-77
Кислота соляная, х. ч.	ГОСТ 3118-77
Натрия нитрат, х. ч.	ГОСТ 4197-74
Натрия сульфат безводный, ч.	ГОСТ 4166-76
Натрия хлорид, х. ч.	ГОСТ 4233-77
1-Нафтол, ч. д. а.	ГОСТ 5838-79
о-Нитроанилин, ч.	ТУ 6-14-380-76
Хлороформ, х. ч.	ТУ 6-09-4263-76
Этанол, х. ч.	ТУ 6-09-1710-77

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 работе с электраспиратором 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 ст. лаборанта, с опытом работы в тонкослойной хроматографии.

6. Условия измерений

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, подготовка сорбционных трубок, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

7.1. Приготовление растворов

Исходный раствор о-анилина для градуировки (с = 1 мг/см^3). 50 мг о-нитроанилина вносят в колбу вместимостью 50 см^3, доводят объем до метки водой и тщательно перемешивают. Раствор устойчив при хранении в холодильнике в течение месяца.

Рабочий раствор о-нитроанилина для градуировки (с = 0,01 мг/см^3). 1 см^3 исходного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем до метки водой и тщательно перемешивают. Раствор устойчив в течение месяца при хранении в холодильнике.

Сорбционный раствор. К 40 см^3 дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 100 см^3 добавляют 2,7 см^3 концентрированной серной кислоты, перемешивают, добавляют 20 см^3 глицерина и доводят до метки водой. Раствор устойчив в течение длительного времени.

Подвижная фаза для хроматографии. Смесь бензола и этанола в объемном соотношении 20 : 1.

Проявляющий реагент № 1 (диазотирующий). В смесь 46 см^3 дистиллированной воды и 4 см^3 концентрированной соляной кислоты вносят 1 г нитрата натрия. Раствор готовят перед употреблением.

Проявляющий реагент № 2 (азосочетающий). 2,8 г гидроксида калия растворяют в 50 см^3 воды, затем добавляют 0,1 г 1-нафтола и тщательно перемешивают. Раствор устойчив в течение длительного времени.

Гидроксида калия 50 % раствор. 50 г гидроксида калия растворяют в 50 см^3 дистиллированной воды. Раствор устойчив в течение длительного времени.

7.2. Подготовка сорбционных трубок

Сорбционный раствор при помощи резиновой груши засасывают в сорбционную трубку таким образом, чтобы полностью смочить стеклянную крошку. Затем грушей выдувают избыток сорбционного раствора. Трубки пригодны к эксплуатации в течение длительного времени.

7.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают на градуировочных растворах о-нитроанилина. Она выражает зависимость интенсивности окраски пятна на хроматограмме от содержания о-нитроанилина в пятне и устанавливается по 3-м сериям растворов для градуировки. Каждую серию, состоящую из 6-ти растворов, готовят в мерных колбах вместимостью 100 $см^3$. Для этого в каждую колбу вносят рабочий раствор для градуировки в соответствии с табл. 1, доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

Таблица 1

Растворы для установления градуировочной шкалы при определении концентрации о-нитроанилина

Номер раствора для градуировки	1	2	3	4	5	6
Объем рабочего раствора (с = 0,01 мг/$см^3$), $см^3$	1	2	3	5	8	10
Содержание о-нитроанилина в 0,5 $см^3$ хлороформа, мкг	0,1	0,2	0,3	0,5	0,8	1,0

10 $см^3$ каждого градуировочного раствора помещают в стакан, добавляют раствор гидроксида калия до pH 8—9, хлорид натрия до насыщения, затем раствор переносят в делительную воронку. Экстракцию проводят хлороформом, 3 раза порциями по 5 $см^3$, встряхивая по 5 мин. Экстракт отделяют от водной фазы, пропускают через слой безводного сульфата натрия, помещают в градуированную конусообразную пробирку и испаряют хлороформ до объема 5 $см^3$.

На хроматографической пластине на расстоянии 15 мм от края намечают линию старта. 0,5 $см^3$ каждого раствора наносят на линию старта в виде отдельных пятен диаметром не более 10 мм по обеим сторонам от центра линии старта (этот участок оставляют для нанесения раствора пробы) на расстоянии 15 мм друг от друга. Содержание о-нитроанилина в пятнах градуировочной шкалы указано в таблице. Хроматографический анализ шкалы стандартов проводят одномоментно с анализом пробы в условиях, изложенных в п. 8.

7.4. Отбор проб

Отбор проб проводят согласно ГОСТу 17.2.3.01-86.

Воздух со скоростью 10 $дм^3$/мин аспирируют в течение 30 мин через сорбционную трубку, заполненную сорбционным раствором. Пробу можно хранить не более 3-х суток.

8. Выполнение измерений

После отбора пробы через сорбционную трубку пропускают 10 $см^3$ воды, засасывая и выдувая воду в стаканчик несколько раз резиновой грушей. В смыв добавляют 50 % раствор гидроксида калия до pH 8—9, хлорид натрия до насыщения, затем раствор переносят в делительную воронку. Обработку пробы проводят аналогично п. 7.3, далее 0,5 $см^3$ полученного экстракта с помощью микрошприца или микропипетки наносят в центр линии старта хроматографической пластинки с градуировочной шкалой.

В хроматографическую камеру вносят подвижную фазу (высота слоя 0,5 см), через 30 мин в нее помещают хроматографическую пластину и развивают хроматограмму на высоту 10 см. Затем пластину вынимают из камеры, подсушивают на воздухе, обрабатывают из пульверизатора сначала проявляющим реагентом № 1 и после подсушивания – реагентом № 2. о-Нитроанилин обнаруживается в виде розовых пятен с Rf = 0,72 на светлом фоне.

Количество о-нитроанилина в пятне пробы находят с помощью денситометра любого типа (БИАН, ХРОМОСКАН и др.) по отношению интегральных значений содержания вещества в пятнах пробы и градуировочной шкалы.

9. Вычисление результатов измерений

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

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

m – количество о-нитроапилина в пробе, найденное по градуировочной шкале, 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 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 И. И. Пиленковой, А. Д. Фатьяновой (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