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 4.1.629—96
Дата введения – с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методические указания по фотоколориметрическому определению нитрилов ($C_{10}-C_{16}$) в атмосферном воздухе

Настоящие методические указания устанавливают фотоколориметрическую методику количественного химического анализа атмосферного воздуха для определения в нем содержания нитрилов (C_{10}—C_{16}) в диапазоне концентраций 0,004—0,04 мг/м^3.

$R-C\equiv N$ Мол. масса 209—215

где R – C_{10}—C_{16}

Нитрилы жирных кислот C_{10}—C_{16} – жидкость коричневого цвета со специфическим резким запахом. Температуры кипения – 225—370 °С при атмосферном давлении. Летучесть – 196 мг/м^3. Растворяется в органических растворителях: спирте, серном эфире, этилацетате. В воздухе находятся в виде паров.

Нитрилы относятся к IV классу опасности. ПДК$_{м.р.}$ для атмосферного воздуха населенных мест – 0,005 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

Измерение концентраций нитрилов выполняют фотоколориметрическим методом, определяя оптическую плотность продукта взаимодействия нитрилов с пикратом натрия при длине волны 490 нм.

Концентрирование нитрилов на воздухе осуществляют на силикагель. Десорбцию нитрилов с силикагеля проводят этиловым спиртом.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы – 1 мкг.

Определению не мешают: жирные кислоты, жирные спирты, вода. Алкилсульфаты, первичные амины мешают определению.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

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

3.1. Средства измерений

Колориметр фотоэлектрический ФЭК-56	
Барометр-анероид М-67	ТУ 2504-1797-75
Весы аналитические типа ВЛА-200	ГОСТ 24104-80Е
Меры массы	ГОСТ 7328-82Е
Посуда стеклянная лабораторная	ГОСТ 1770-74Е и 20292-74Е
Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2	ГОСТ 215-73Е
Электроаспиратор модель 822	ТУ 64-1-862-77

3.2. Вспомогательные устройства

Баня водяная	ТУ 64-1-2850-76
Дистиллятор	ТУ 61-1-721-79
Муфельная печь	
Сорбционная трубка из стекла длиной 110 мм, внутренним диаметром 6—8 мм	
Поглотительный прибор Яворовской для сорбентов или другой для отбора на кипящий слой	

3.3 Материалы

Груша резиновая
Заглушки стеклянные

3.4 Реактивы

Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72
Кислота соляная, ч. д. а.	ГОСТ 3118-77
Кислота пикриновая	ТУ 6-09-08-956-80
Натрия гидроксид, х. ч.	ГОСТ 4329-77
Нитрилы C_{10}—C_{16}, очищенный заводской продукт	
Силикагель КСК, фракция 0,5—0,75 мм	ГОСТ 3956-76
Спирт этиловый, х. ч.	ГОСТ 18300-72

4. Требования безопасности

4.1. При работе с реактивами следует соблюдать требования безопасности, установленные для работы с токсичными, едкими и легко воспламеняющимися веществами по ГОСТу 12.1.005-88.

4.2. При выполнении измерений с использованием фотоколориметра соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТом12.1.019-79 и инструкцию по эксплуатации прибора.

5. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений допускают лиц, имеющих квалификацию не ниже лаборанта-химика.

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 фотоколориметре проводят в условиях, рекомендуемых технической документацией к прибору.

7. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: приготовление растворов, подготовка сорбционной трубки, установление градуировочной характеристики, отбор проб воздуха.

7.1. Приготовление растворов

Натрия гидроксид 0,5 н раствор. 2 г натрия гидроксида вносят в колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят объем до метки дистиллированной водой.

Кислота соляная 10 % раствор. 219 $см^3$ концентрированной соляной кислоты (с = 1,19 $см/см^3$) добавляют к 781 $см^3$ дистиллированной воды.

Исходный раствор нитрилов для градуировки (с = 10 $мг/см^3$). 250 мг нитрилов вносят в колбу вместимостью 25 $см^3$, доводят объем до метки этиловым спиртом, тщательно перемешивают. Срок хранения в холодильнике – 1 день.

Рабочий раствор нитрилов для градуировки (с = 0,01 $мг/см^3$). 0,25 $см^3$ исходного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, доводят объем до метки этиловым спиртом и перемешивают. Раствор готовят в день анализа.

7.2. Подготовка сорбционной трубки

Силикагель помещают в емкость, заливают 10 % раствором соляной кислоты и кипятят 2 ч. Затем промывают силикагель несколько раз дистиллированной водой, высушивают при температуре 100 °С, помещают в муфельную печь при температуре 350 °С на 2 ч. После остывания 2,0 $см^3$ силикагеля помещают в поглотительный прибор и сорбционные трубки, фиксируют концы стеклянными заглушками.

7.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают по 5-ти сериям растворов для градуировки. Каждая серия состоит из 7-ми растворов. Сорбционные трубки, заполненные силикагелем, укрепляют над пробирками. На поверхность силикагеля наносят рабочий раствор в соответствии с табл. 1.

Таблица 1

Стандартные растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентрации нитрилов

Номер стандартного раствора	Рабочий раствор, $см^3$	Этиловый спирт, $см^3$	Масса нитрилов C_{10}—C_{16} в стандартном растворе, мкг
1	0	2,0	0
2	0,1	1,9	1,0
3	0,2	1,8	2,0
4	0,4	1,6	4,0
5	0,6	1,4	6,0
6	0,8	1,2	8,0
7	1,0	1,0	10,0

Десорбцию нитрилов с поверхности силикагеля в пробирку проводят этиловым спиртом, добавляя каждый раз по 0,2 $см^3$ спирта. Последнюю порцию спирта выдувают резиновой грушей. Затем во все пробирки приливают по 2,0 $см^3$ 0,5 н раствора натрия гидроксида и 0,5 $см^3$ насыщенного раствора пикриновой кислоты. Пробирки помещают на водяную баню, нагретую до 80 °С, на 30 мин. По охлаждении растворы фотометрируют в кюветах с расстоянием между рабочими гранями 10 мм при длине волны 490 нм по сравнению с контрольным раствором, не содержащим нитрилы (стандартный раствор № 1).

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость оптической плотности от массы нитрилов, устанавливают на средних результатах измерений 5-ти серий стандартных растворов. Проверку градуировочной характеристики проводят 1 раз в квартал и при смене партии реактивов.

7.4. Отбор проб

Отбор проб воздуха проводят согласно ГОСТу 17.2.3.01-86. Воздух со скоростью 10 $дм^3$/мин аспирируют через поглотительный прибор, заполненный 2 $см^3$ силикагеля, в течении

30 мин. После окончания отбора пробы концы прибора закрывают стеклянными заглушками. Хранят пробу не более 5 ч.

8. Выполнение измерений

После отбора пробы силикагель из поглотительного прибора переносят в пробирку и добавляют порциями по 0,2 $см^3$ 2,5 $см^3$ этилового спирта. 2 $см^3$ элюата обрабатывают в условиях, указанных в п. 7.3. Массу нитрилов (мкг) в фотометрируемом объеме пробы определяют по градуировочной характеристике.

9. Вычисление результатов измерений

Концентрацию нитрилов в атмосферном воздухе ($мг/см^3$) вычисляют по формуле:

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

m – масса нитрилов в пробе, найденная по градуировочной характеристике, мкг;

V_1 – общий объем пробы, $см^3$;

V_2 – объем пробы, взятый на анализ, $см^3$;

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

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

P – атмосферное давление при отборе пробы воздуха, мм рт. ст.;

t – температура воздуха в местах отбора проб, °С;

V_t – объем пробы воздуха, $дм^3$.

Методические указания разработаны А. П. Белянкиной (Медицинский институт, г. Ростов).

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