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 4.1.624—96
Дата введения – с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методические указания по газохроматографическому определению метилового и этилового спиртов в атмосферном воздухе

Настоящие методические указания устанавливают газохроматографическую методику количественного химического анализа атмосферного воздуха для определения в нем содержания метилового и этилового спиртов в диапазоне концентраций 0,05—5,0 мг/м^3.

CH_4O Мол. масса 32,04

Метиловый спирт (метанол) – прозрачная жидкость с характерным запахом, плотность – 0,791 г/см^3, температура кипения – 64,7 °С, упругость пара – 95,7 мм рт. ст. (20 °С), растворяется в воде, эфире. В воздухе находится в виде паров.

Метиловый спирт является сильным ядом. ПДКм.р. для атмосферного воздуха населенных мест – 1,0 мг/м^3, ПДКс.с. – 0,5 мг/м^3.

C_2H_6O Мол. масса 46,07

Издание официальное

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

Этиловый спирт (этанол) – прозрачная жидкость с характерным запахом, плотность 0,789 г/см^3, температура кипения – 78,3 °С, упругость пара – 44 мм рт. ст. (20 °С), растворяется в воде, эфире. В воздухе находится в виде паров.

Этиловый спирт обладает наркотическим действием. ПДК для атмосферного воздуха населенных мест – 5,0 мг/м^3.

1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей ±15 %, при доверительной вероятности – 0,95.

2. Метод измерений

Измерение концентрации метилового и этилового спиртов выполняют методом газоадсорбционной хроматографии с использованием пламенно-ионизационного детектора.

Концентрирование спиртов из воздуха осуществляют в дистиллированную воду.

Нижний предел измерения в анализируемом объёме пробы – 0,2 мг/дм^3.

Определению не мешают: другие спирты, кислоты, карбонилсодержащие соединения, эфиры, фенолы, фурановые соединения.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

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

3.1. Средства измерений

Хроматограф ЛХМ-8МД, модель 5 или любой другой с пламенно-ионизационным детектором	
Барометр-анероид М-67	ТУ 2504-1797-75
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104-80Е
Колбы мерные 4-100-2	ГОСТ 1770-74
Линейка измерительная	ГОСТ 17435-72
Лупа измерительная	ГОСТ 8309-75
Меры массы	ГОСТ 7328-82Е
Микрошприц МШ-10	ГОСТ 8043-75
Пипетки 7-1-1, 7-1-10, 7-1-5	ГОСТ 20292-74Е

Секундомер 2-го кл. точности	ГОСТ 5072-79
Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2, цена деления 1 °С	ГОСТ 215-73Е
Цилиндр 4-50	ГОСТ 1770-74
Электроаспиратор модель 822	ТУ 64-1-862-72

3.2. Вспомогательные устройства

Хроматографическая колонка из стекла длиной 3 м и внутренним диаметром 3 мм	
Вакуумный компрессор марки ВН-461М	
Дистиллятор	ТУ 61-1-721-79
Поглотительные приборы «Шмель» ПВ-20, разработанные ВНИИ биологического приборостроения (рис. 1)	
Редуктор водородный	ТУ 26-05-463-76
Редуктор кислородный	ТУ 26-05-235-70

3.3. Материалы

Азот сжатый	ГОСТ 9293-74
Воздух сжатый	ГОСТ 11882-73
Водород сжатый	ГОСТ 3022-80
Стекловата	
Стеклянные заглушки	

3.4. Реактивы

Ацетон, ч. д. а.	ГОСТ 2603-79
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-77
Полисорб-1, фракция 0,1—0,3 мм	ТУ 1011362-69
Спирт изобутиловый, х. ч.	ГОСТ 6016-77
Спирт метиловый, х. ч.	ГОСТ 6995-74
Спирт этиловый, х. ч.	ТУ 6-0951710-72
Хлороформ, х. ч.	ТУ 6-09-4263-76

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 эксплуатации 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 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, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: приготовление растворов, подготовка хроматографической колонки, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

7.1. Приготовление растворов

Градуировочные растворы № 1 метилового и этилового спиртов (с = 0,055 мг/см^3). В колбу вместимостью 25 см^3, заполненную на 1/3 объёма дистиллированной водой, вносят 1,375 мг спирта, доводят до метки водой и тщательно перемешивают. Срок хранения в холодильнике в склянках с притертыми пробками – 2 месяца.

Градуировочный раствор № 2 изобутилового спирта (внутренний стандарт) (с = 0,105 мг/см^3). В колбу вместимостью 25 см^3, заполненную на 1/3 объёма дистиллированной водой, вносят 2,63 мг изобутилового спирта, доводят до метки водой и тщательно перемешивают. Срок хранения в холодильнике – 2 месяца.

Поглотительный раствор. Свежеперегнанная вода.

7.2. Подготовка хроматографической колонки

Хроматографическую колонку перед заполнением насадками трижды промывают горячей водой, дистиллированной водой, ацетоном, хлороформом и высушивают в токе азота. Сухую колонку фиксируют тампоном из стекловаты с одного конца и заполняют насадкой под вакуумом, уплотняя легким постукиванием. Концы колонки закрывают стекловатой и, не подключая к детектору, кондиционируют в токе газа-носителя (азота) с расходом 20—30 $см^3$/мин при температуре 180 °С в течение 20—30 ч. После охлаждения колонку подключают к детектору, записывают нулевую линию в рабочем режиме. При отсутствии дрейфа нулевой линии колонка готова к работе.

7.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают с использованием градуировочных коэффициентов на градуировочных растворах. К 1,0 $см^3$ градуировочного раствора № 1 добавляют 1,0 $см^3$ градуировочного раствора № 2. 1,0 $мм^3$ полученной смеси вводят в испаритель и анализируют в следующих условиях:

температура термостата колонок	100—120 °С
температура испарителя	150 °С
расход газа-носителя (азот)	25—30 $см^3$/мин
расход водорода	30 $см^3$/мин
расход воздуха	300 $см^3$/мин
объём пробы	1 $мм^3$
относительные времена удерживания:	
метилового спирта	0,16
этилового спирта	0,27
изобутилового спирта	1,00

На хроматограмме рассчитывают площади пиков метилового и изобутилового спиртов и по средним результатам из 3-х определений устанавливают градуировочный коэффициент по формуле:

$$f_м = \frac{S_м \cdot m_{ст}}{S_{ст} \cdot m_м}, \text{ где}$$

$m_м$, $m_{ст}$ – масса метилового и изобутилового спиртов в градуировочной смеси, мг/см^3;

Sм, Sст – площади пиков метилового и изобутилового спиртов, мм^2.

Аналогичным образом рассчитывают градуировочный коэффициент для этилового спирта.

7.4. Отбор проб

Отбор проб воздуха проводят согласно ГОСТу 17.2.3.01-86. Воздух со скоростью 15—20 дм^3/мин аспирируют через 2 последовательно соединенных поглотительных прибора, заполненных 10 см^3 дистиллированной воды, в течение 20 мин. Срок хранения проб – 5 суток в холодильнике в склянках с притертыми пробками.

8. Выполнение измерений

Пробы из двух последовательно соединенных поглотительных приборов анализируют отдельно. 1,0 см^3 пробы из каждого пробоотборника помещают в пробирку с притертой пробкой, добавляют 1,0 см^3 градуировочного раствора № 2. На анализ в испаритель прибора вводят 1,0 мм^3 смеси из каждой пробирки. На полученных хроматограммах рассчитывают площади пиков спиртов и определяют содержание метилового и этилового спирта (мг/см^3) в пробе по формуле:

$$X_м = \frac{S_м \cdot m_{ст}}{S_{ст} \cdot f_м}, \text{ где}$$

Sм, Sст – площади пиков метилового или этилового и изобутилового спиртов, мм^2;

$m_{ст}$ – масса изобутилового спирта в 1,0 см^3 стандартного раствора, мг/см^3;

$f_м$ – градуировочный коэффициент для метилового или этилового спиртов.

За результат измерения принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений для первого и второго пробоотборника соответственно.

9. Вычисление результатов измерений

Концентрацию метанола или этанола в воздухе (мг/м^3) рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{X_{м1} \cdot V_1 + X_{м2} \cdot V_2}{V_0}, \text{ где}$$

$X_{м1}$, $X_{м2}$ – содержание метилового или этилового спирта в первом и втором поглотительном приборе, соответственно, мг/см^3;

V_1, V_2 – объём поглотительного раствора в первом и втором поглотительном приборе, соответственно, см^3;

V_0 – объём воздуха, отобранный для анализа и приведенный к нормальным условиям, м^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, °С;

V_t – объём пробы воздуха, м^3.

Методические указания разработаны Е. Н. Коноваловой, В. Г. Костенко (НПО «Гидролизпром», ВНИИГИДРОЛИЗ, г. С.-Петербург).

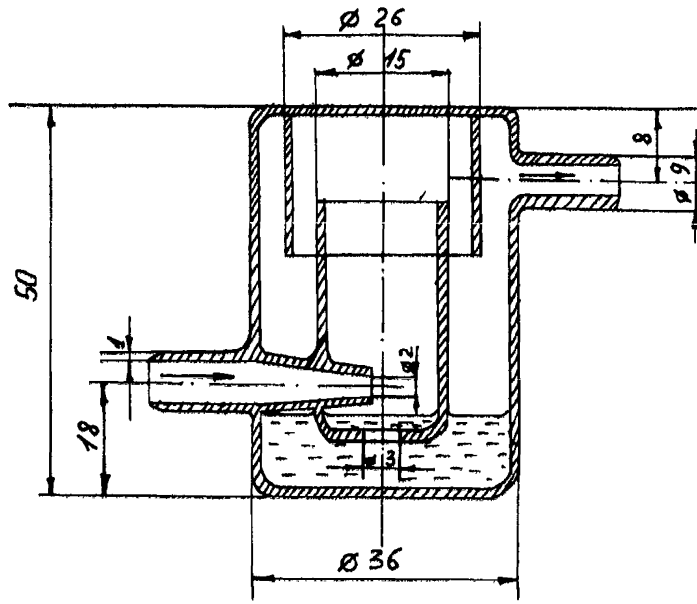

Рис. 1. *Поглотительный прибор «Шмель ПВ-20».*

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