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 4.1.622—96
Дата введения – с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методические указания по газохроматографическому определению метиламина в атмосферном воздухе

Настоящие методические указания устанавливают газохроматографическую методику количественного химического анализа атмосферного воздуха для определения в нем содержания метиламина в диапазоне концентраций 0,002—0,04 мг/м^3.

CH_3NH_2 Мол. масса 31,06

Метиламин – бесцветный газ с резким специфическим запахом, температура кипения – –6,5 °С, температура плавления – –93,5 °С. Хорошо растворим в воде этаноле, эфире.

Обладает раздражающим действием, поражает нервную систему. Предельно допустимая концентрация: максимальная разовая – 0,004 мг/м^3, среднесуточная – 0,001 мг/м^3. Класс опасности – 2.

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 ±25 %, при доверительной вероятности 0,95.

2. Метод измерений

Измерение концентрации метиламина выполняют методом газожидкостной хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием. Концентрирование метиламина из воздуха осуществляют на твердый пленочный сорбент. Десорбцию вещества проводят водой.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы – 5,0 нг.

Определению не мешают: вода, углеводороды, спирты, кетоны, амины.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

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

3.1. Средства измерений

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором	
Барометр-анероид М-67	ТУ 2504-1797-75
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24108-80Е
Линейка измерительная	ГОСТ 427-75
Лупа измерительная	ГОСТ 8309-75
Меры массы	ГОСТ 7328-82Е
Микрошприц МШ-10М	ГОСТ 8043-74
Посуда стеклянная лабораторная	ГОСТ 1770-74Е и 20292-74Е
Секундомер СДС пр 1-2-000	ГОСТ 5072-79Е
Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2; пределы 0—55 °С, цена деления 1 °С	ГОСТ 215-73Е
Электроаспиратор	ГОСТ 17.2.6.01-86

3.2. Вспомогательные устройства

Аквадистиллятор	ТУ 61-1-721-79
Баня водяная	

Вакуумный компрессор марки ВН-461М	
Редуктор водородный	ТУ 26-05-463-76
Редуктор кислородный	ТУ 26-05-235-70
Насадочная хроматографическая колонка из стекла длиной 3 м и внутренним диаметром 3 мм	
Сорбционные трубки длиной 170 мм и внутренним диаметром 9 мм с перфорированными перегородками (рис. 1)	
Чашка выпарительная фарфоровая	

3.3. Материалы

Водород сжатый	ГОСТ 3022-70
Воздух сжатый	ГОСТ 11882-73
Гелий сжатый	ТУ 51-940-80
Стекловата или стекловолокно	
Стеклянные заглушки	
Стеклянные гранулы диаметром 1—2 мм	

3.4. Реактивы

Вода дистиллированная	ГОСТ 4517-87
Калия гидроксид, х. ч.	ГОСТ 24363-80
Кислота винная	ГОСТ 5817-77
Кислота ортофосфорная, х. ч.	ГОСТ 6552-80
Метиламин 30 % раствор	ТУ 6-09-2088-84
Натрий уксуснокислый 3-водный	ГОСТ 199-78
Полиэтиленгликоль (ПЭГ-20М), М. м. 20000	
Спирт этиловый ректификованный технический	ГОСТ 18300-87
Хлороформ для хроматографии, х. ч.	ТУ 6-09-4263-76
Хроматон N-AW-DMCS, фр. 0,16—0,25 мм фирмы «Lachema», ЧССР	

4. Требования безопасности

4.1. При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими, легковоспламеняющимися веществами по ГОСТу 12.1005-88.

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, 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 и сорбционной трубки, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

7.1. Приготовление растворов

Исходный раствор метиламина для градуировки (с = 1 мг/см^3). 0,83 г 30 % раствора метиламина вносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят объем до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Срок хранения – 1 неделя.

Рабочий раствор метиламина для градуировки (с = 0,1 мг/см^3). В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 10 см^3 исходного раствора, доводят раствор до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Срок хранения – 1 неделя.

Насыщенный раствор гидроокиси калия готовят растворением в фарфоровом стакане 100 г КОН в 100 см^3 дистиллированной воды. Срок хранения – неограничен.

3 % раствор ортофосфорной кислоты готовят растворением 1,6 см^3 ортофосфорной кислоты в 97 см^3 дистиллированной воды. Срок хранения – неограничен.

7.2. Подготовка хроматографической колонки и сорбционной трубки

Насадку хроматографической колонки готовят из расчета, 3 % гидроокиси калия и 10 % ПЭГ – 20 М от массы хроматона. На одну колонку требуется 8,2 г (22 $см^3$) твердого носителя. Навеску 0,246 г гидроокиси калия растворяют в этаноле, а навеску 0,82 г ПЭГ – 20 М – в хлороформе. Приготовленным раствором гидроокиси калия заливают навеску хроматона, помещенную в фарфоровую чашку. Смесь осторожно перемешивают сначала при комнатной температуре, затем на водяной бане до полного удаления растворителя. Аналогичным образом на сухой сорбент с гидроокисью калия наносят ПЭГ – 20 М. Приготовление насадки ведут в вытяжном шкафу.

Подготовку хроматографической колонки и наполнение ее насадкой выполняется по инструкции, прилагаемой к хроматографу. Затем колонку помещают в термостат хроматографа и, не присоединяя к детектору, тренируют в токе гелия (40—60 $дм^3$/мин) в течении 14 ч: по 2 ч при 60, 90, 120, 150 °С и 6 ч при 200 °С.

Конец предварительно вымытой и высушенной сорбционной трубки опускают в пробирку с 3 %-ным раствором фосфорной кислоты и засасывают такое его количество, чтобы весь слой гранул был смочен. Излишек раствора выдувают. Герметично упакованные трубки могут храниться в течении недели.

7.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают на градуировочных растворах метиламина методом абсолютной градуировки. Она выражает зависимость высоты пика (мм) от массы метиламина (мкг) и строится по 5-ти сериям растворов для градуировки. Каждую серию, состоящую из 5-ти растворов, готовят в мерных колбах вместимостью 50 $см^3$. Для этого в каждую колбу вносят рабочий раствор для градуировки в соответствии с табл. 1, доводят объем до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Таблица 1

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентрации метиламина

Номер раствора для градуировки	1	2	3	4	5
Объем рабочего раствора для градуировки (с = 0,1 мг/см^3), см^3	0,5	1,0	2,0	5,0	10,0
Масса метиламина в 5 мм^3, мкг	0,005	0,010	0,020	0,050	0,100

В испаритель прибора вводят по 5 мм^3 каждого градуировочного раствора и анализируют в следующих условиях:

температура термостата колонок	55 °С
температура испарителя	100 °С
температура детектора	100 °С
скорость потока гелия (газа-носителя)	40 см^3/мин
скорость потока водорода	40 см^3/мин
скорость потока воздуха	400 см^3/мин
скорость движения диаграммной ленты	240 мм/ч
время удерживания метиламина	68 сек

На полученной хроматограмме измеряют высоты пиков метиламина и по средним результатам из 5-ти серий строят градуировочную характеристику. Градуировку проверяют один раз в месяц и при смене партии реактивов.

7.4. Отбор проб

Отбор проб воздуха проводят согласно ГОСТу 17.2.3.01-86.

Анализируемый воздух со скоростью 20 дм^3/мин протягивают в течение 30 мин через вертикально установленную сорбционную трубку, обработанную фосфорной кислотой.

Срок хранения проб в герметической упаковке – не более 7 дней.

8. Выполнение измерений

После отбора пробы воздуха через сорбционную трубку, установленную вертикально, каплями пропускают воду и собирают в цилиндр или пробирку 1 см^3 элюата. Затем элюат нейтрализуют, добавляя около 10 мм^3 насыщенного раствора щелочи до pH = 7, добавляют по 0,1 г винной кислоты и

ацетата натрия. Раствор перемешивают и анализируют, вводя по 5 мм^3 пробы не менее 2-х раз.

На хроматограмме измеряют высоту пика и по градуировочной характеристике определяют массу метиламина в пробе.

9. Вычисление результатов измерения

Концентрацию метиламина в воздухе (с) в мг/м^3 вычисляют по формуле:

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

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

V_1 – общий объем раствора пробы, мм^3;

V_2 – объем раствора, взятого на анализ, мм^3;

V_0 – объем пробы 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 Л. К. Вагиной, Н. А. Титовой, Л. П. Слуцковской (ВНИИ нефтехимических процессов, г. С.-Петербург).

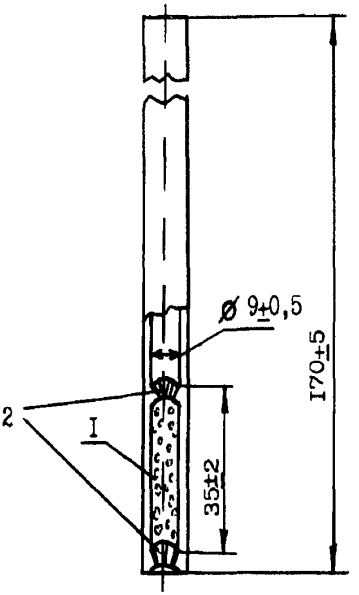

Рис. 1. *Сорбционная трубка.*

1 - стеклянные гранулы диаметром 1—2 мм, 2 - перфорированные перегородки.

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