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 4.1.620—96
Дата введения – с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методические указания по газохроматографическому определению метилакрилата в атмосферном воздухе

Настоящие методические указания устанавливают газохроматографическую методику количественного химического анализа атмосферного воздуха для определения в нем содержания метилакрилата в диапазоне концентраций 0,008—0,09 мг/м^3.

$C_4H_6O_2$ Мол. масса 86,09

Метилакрилат (метиловый эфир акриловой кислоты) – жидкость, температура кипения – 80,2 °С, плотность – 0,950 г/см^3. Хорошо растворяется в органических растворителях, в воде растворяется 5,2 %. В воздухе находится в виде паров.

Метилакрилат оказывает раздражающее наркотическое действие. ПДК для атмосферного воздуха населённых мест – 0,01 мг/м^3.

1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей ±18 %, при доверительной вероятности 0,95.

Издание официальное

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

2. Метод измерений

Измерение концентрации метилакрилата выполняют методом газожидкостной хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием. Концентрирование метилакрилата из воздуха осуществляют на твёрдый сорбент. С сорбента вещество термодесорбируют.

Нижний предел измерений в анализируемом объёме пробы воздуха – 0,008 мг/м^3.

Определению не мешают другие акрилаты.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

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

3.1. Средства измерений

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором	
Барометр-анероид М-67	ТУ 2504-1797-75
Весы аналитические лабораторные, 2-го класса	ГОСТ 24104-88Е
Линейка измерительная	ГОСТ 427-75
Лупа измерительная	ГОСТ 25706-83
Меры массы	ГОСТ 7328-82Е
Секундомер	ГОСТ 5072-79Е
Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2	ГОСТ 215-73Е
Электроаспиратор, модель М-822	МРТУ 42-862-64

3.2. Вспомогательные устройства

Хроматографические колонки из стекла длиной 3 и 2 м, диаметр 3 мм	
Аквадистиллятор	ТУ 61-1-721-79
Баня водяная лабораторная	ТУ 64-4-623-72
Вакуумный компрессор марки ВН-461М	ТУ 26-06-459-79
Дозатор диффузионно-динамический «Микрогаз»	ТУ 2-966-057
Колба К-2-250-34, ТС	ГОСТ 25-336-82Е
Концентраторы из 2-х спаянных стальных трубок длиной 115 мм, диаметром 4—5 мм и длиной 130 мм, диаметром 2—3 мм	
Редуктор водородный	ТУ 26-05-463-76
Редуктор кислородный	ТУ 26-05-235-70

Термостат с погрешностью поддерживания температуры ±0,8 °С	
Чашка выпарительная № 3	ГОСТ 9147-80Е
Шкаф сушильный	ГОСТ 13474-78

3.3. Материалы

Азот сжатый	СТП 6-01-15-32-83
Водород сжатый	ГОСТ 3022-80
Воздух сжатый	ГОСТ 17433-80
Стекловата или стекловолокно	

3.4. Реактивы

Ацетон, ч. д. а.'	ГОСТ 2603-79
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-77
Гексан, ч.	ТУ 6-09-3375-78
Метилакрилат	ОСТ 6-01-41-84
Полисорб-1 зернением 0,315—0,500 мм (насадка для концентратора)	ТУ 6-09-136-02-74
1,2,3-трис-в-цианэтоксипропан	ТУ 6-09-104-70
Хромосорб P-AW зернением 0,18—0,25 мм (насадка для хроматографических колонок)	

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 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 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 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: подготовка хроматографической колонки и концентратора, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

7.1. Подготовка хроматографических колонок и концентратора

(1,50±0,02) г ββ'-1,2,3-трис-β-цианэтоксипропана взвешивают на аналитических весах в круглодонной колбе, растворяют в ацетоне (1/2 объема от объема носителя) и вносят (10,00±0,02) г хромосорба Р. Содержимое колбы тщательно перемешивают для равномерного нанесения фазы в течение одного часа, затем ацетон выпаривают в сушильном шкафу при температуре (60±5) °С до отсутствия запаха растворителя. После остывания фаза готова к употреблению.

Хроматографические колонки и концентратор перед заполнением насадками промывают горячей водой, дистиллированной водой, ацетоном, гексаном и высушивают в токе инертного газа. Заполнение хроматографической колонки насадкой проводят под вакуумом. Концы колонки закрывают стекловатой и, не подключая к детектору, кондиционируют в токе газа-носителя (азота) с расходом 30 $см^3$/мин при температуре 100 °С в течение 18 ч. После охлаждения колонку длиной 3 м подключают к детектору, записывают нулевую линию в рабочем режиме. При отсутствии дрейфа нулевой линии колонка готова к работе.

Колонку длиной 2 м после кондиционирования подсоединяют к детектору и в условиях анализа определяют время выхода метилакрилата. Затем колонку отсоединяют от детектора и используют для повторного концентрирования.

Концентратор заполняют 0,2 г Полисорба-1, который предварительно прокаливают при температуре 160 °С в течение 4 ч. Сорбент фиксируют с двух сторон стекловатой. Концентраторы хранят в закрытых ёмкостях не более 1 месяца.

7.2. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика метилакрилата ($мм^2$) от его массы (мг),

устанавливают по 3-м сериям паровоздушных смесей. Паровоздушные смеси получают с помощью дозирующего устройства диффузионно-динамического типа в режиме работы «без разбавления» следующим образом. К штуцеру «градуировочная смесь» установки «Микрогаз» подсоединяют тройник, к одному концу которого подсоединяют концентратор (сравнительный). Через концентратор постоянно идет градуировочная смесь на сброс. Ко второму концу тройника подсоединяют рабочий концентратор № 1. Поворотом крана пропускают смесь через рабочий концентратор по времени. После этого рабочий концентратор вставляют в дозатор на вторую колонку (2 м), подается газ-носитель и в течение (5±1) мин концентратор продувается на сброс, затем (4±1) мин на концентратор № 2, подсоединенный через гайку к соединительной трубке. Концентратор с адсорбированной примесью метилакрилата вставляют в дозатор 1-й колонки и выдерживают 2 мин без газа-носителя для стабилизации температуры, затем подается газ-носитель.

Смесь анализируется в следующих условиях:

температура термостата колонок	50 °С
температура испарителя	160 °С
расход газа-носителя (азота)	
в I колонке	30 $см^3$/мин
во II колонке	27 $см^3$/мин
расход водорода	30 $см^3$/мин
расход воздуха	300 $см^3$/мин
чувствительность шкалы электрометра	4 х 4 х 10^9 Ом
время удерживания метилакрилата	
в I колонке	6 мин 54 сек
во II колонке	8 мин 28 сек

На полученной хроматограмме рассчитывают площади пиков метилакрилата. Массу адсорбированного метилакрилата определяют, рассчитав изменение массы ампулы, заполненной метилакрилатом, за час (мг/час) из данных аттестации ампулы и времени прохождения градуировочной смеси через рабочий концентратор (см. Техническое описание к инструкции по эксплуатации динамической установки «Микрогаз»). Для установления градуировочной характеристики время прохождения паровоздушной смеси через концентратор – 3; 5; 8; 10; 12; 15 и 18 сек в 3-х сериях. Градуировку проверяют 1 раз в квартал.

7.3. Отбор проб

Отбор проб воздуха проводят согласно ГОСТу 17.2.3.01-86. Воздух со скоростью 0,3—0,5 дм^3/мин аспирируют через концентратор в течение 15 мин. После окончания отбора концы трубки закрывают заглушками. Срок хранения проб – 1 сутки.

8. Выполнение измерений

Концентратор с отобранной пробой вставляют в дозатор второй колонки. В течение (5±1 мин) продувают на сброс (для удаление примесей, мешающих определению метилакрилата) и через концентратор № 2, подсоединенный с помощью гайки к соединительной трубке для адсорбции метилакрилата; затем концентратор № 2 вставляют в дозатор рабочей колонки (3 м), стабилизуруют в течение 2-х минут без газа-носителя, подают газ-носитель и записывают хроматограмму пробы воздуха. На хроматограмме рассчитывают площадь пика метилакрилата и по градуировочной характеристике определяют его массу в пробе.

9. Вычисление результатов измерений

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

$$C = \frac{m}{V_0}, \text{ где}$$

m – масса метилакрилата в пробе, найденная по градуировочной характеристике, мг;

V_0 – объем пробы воздуха, приведенный к нормальным условиям, м^3;

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

V_t – объем воздуха, отобранный для анализа, м^3;

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

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

Методические указания разработаны М. Г. Большаковой, В. И. Назаровой, Л. Г. Перфиловой (Производственное объединение «Нитрон», г. Саратов).

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