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 4.1.614—96
Дата введения – с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методические указания по определению диэтилфталата в атмосферном воздухе методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Настоящие методические указания устанавливают методику количественного химического анализа атмосферного воздуха для определения в нем содержания диэтилфталата в диапазоне концентраций 0,008—0,1 мг/м^3 методом высокоэффективной жидкостной хроматографии.

$C_{12}H_{14}O_4$ Мол. масса 222,24

Диэтилфталат (диэтиловый эфир ортофталевой кислоты) – прозрачная бесцветная жидкость без запаха. Не растворим в воде. Хорошо растворим в метиловом, этиловом и бутиловом спиртах, ацетонитриле, бензоле, эфире и пропиленкарбонате. Температура плавления – 3 °С, температура кипения – 298—299 °С, плотность – 1,118 г/см^3. В воздухе находится в виде аэрозоля и паров.

Диэтилфталат обладает общетоксическим действием. ОБУВ в воздухе – 0,01 мг/м^3.

1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей ±16 %, 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

Измерения концентрации диэтилфталата в атмосферном воздухе выполняют методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с УФ детектированием.

Отбор проб осуществляют концентрированием в пропиленкарбонат.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы (10 $мм^3$) – 0,016 мкг.

Определению не мешает присутствие фталида, дибутилфталата, дифенилоксида, диметилфталата, диметилизофталата.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

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

3.1. Средства измерений

Микроколоночный жидкостный хроматограф с ультрафиолетовым детектором	
Барометр-анероид М-67	ТУ 2504-1797-75
Весы аналитические лабораторные ВЛА-200	ГОСТ 24104-80Е
Линейка измерительная	ГОСТ 17435-72
Лупа измерительная	ГОСТ 8309-75
Меры массы	ГОСТ 7328-82Е
Посуда стеклянная лабораторная	ГОСТ 1770-74Е и 20292-74Е
Секундомер	ГОСТ 9736-80
Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2, пределы 0—55 °С, цена деления 1 °С	ГОСТ 215-73Е
Электроаспиратор ЭА-1	ОСТ 95.10052-84

3.2 Вспомогательные устройства

Хроматографическая колонка из стекла длиной 120 мм и внутренним диаметром 2 мм	
Вакуумный компрессор марки ВН-461М	
Дистиллятор	ТУ 61-1-721-79
Поглотительные сосуды Рыхтера	
Редуктор водородный	ТУ 26-05-463-76
Редуктор кислородный	ТУ 26-05-235-70
Ректификационная колонка длиной 550 мм и внутренним диаметром 20 мм, флегмовое число – 5	

Насадка – спиральки Левина из нержавеющей стали (2 х 2 х 0,2 мм)
Ректификационная колонка длиной 1,5 м, внутренним диаметром 30 мм, флегмовое число – 2
Насадка – никелевые спиральки (3 х 3 х 0,1)
Фильтр Шотта № 4

3.3 Материалы

Азот сжатый	ГОСТ 9293-74
Воздух сжатый	ГОСТ 11882-73
Водород сжатый	ГОСТ 3022-89

3.4. Реактивы

Ацетонитрил	ТУ 6-09-3534-82
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-77
Диэтилфталат, содержание основного вещества 99,5 %	ТУ 18-16-11-81
Перманганат калия, х. ч.	ГОСТ 20490-75
Пропиленкарбонат	ТУ 6-09-3933-75
Сорбент «Силасорб CN» зернением 7 мкм, готовая насадка для хроматографической колонки (производство Чехия)	

4. Требования безопасности

4.1. При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТу 12.1.005-88.

4.2. При выполнении измерений с использованием жидкостного 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, имеющих опыт работы на жидкостном хроматографе.

6. Условия выполнения 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 жидкостном хроматографе проводят в условиях, рекомендуемых технической документацией к прибору.

7. Подготовка к выполнению измерений

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

7.1. Подготовка реактивов и приготовление растворов

Ацетонитрил. Очищают технический ацетонитрил путем ректификации на ректификационной колонке длиной 550 мм и внутренним диаметром 20 мм, флегмовое число – 5. Для чего ацетонитрил кипятят с обратным холодильником в присутствии перманганата калия из расчета 1 г перманганата калия на 1 $дм^3$ растворителя. Кипячение проводят до полного перехода перманганата калия в двуокись марганца. Перед ректификацией осадок двуокиси марганца отделяют путем фильтрации через фильтр Шотта № 4. Основную фракцию отбирают при температуре 81,6 °С в пределах колебаний ±1 °С и при атмосферном давлении.

Пропиленкарбонат очищенный получают из пропиленкарбоната путем ректификации под вакуумом на ректификационной колонке длиной 1,5 м и внутренним диаметром 30 мм, флегмовое число – 2. Насадка – никелевые спиральки (3·3·0,1 мм). Основную фракцию отбирают при температуре 61 °С (1 мм рт. ст.) в пределах колебаний ±1 °С. Элюент: вода-ацетонитрил (6 : 1).

Исходный раствор диэтилфталата для градуировки (с = 1 мг/$см^3$). 50 мг диэтилфталата вносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, доводят до метки пропиленкарбонатом и тщательно перемешивают. Раствор устойчив в течение суток при хранении в холодильнике.

Рабочий раствор диэтилфталата для градуировки (с = 0,1 мг/$см^3$). 5,0 $см^3$ исходного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, доводят объем до метки пропиленкарбонатом и тщательно перемешивают. Раствор устойчив в течение суток при хранении в холодильнике.

7.2. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают по 5-ти сериям градуировочных растворов. Каждую серию, состоящую

из 5-ти растворов готовят в мерных колбах вместимостью 25 $см^3$. Для этого в каждую колбу вносят рабочий раствор для градуировки в соответствии с табл. 1, доводят объем до метки пропиленкарбонатом и перемешивют.

Таблица 1

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентрации диэтилфталата

Номер раствора для градуировки	1	2	3	4	5
Объем рабочего раствора (с = 0,1 мг/$см^3$), $см^3$	0,4	1,25	2,5	3,75	5,0
Масса диэтилфталата в 10 $мм^3$ раствора, мкг	0,016	0,05	0,10	0,15	0,20

Инжектируют в хроматограф по 10 $мм^3$ каждого градуировочного раствора.

Условия хроматографирования градуировочных смесей и анализируемых проб:

температура термостата колонки	20 °С
скорость подачи элюента (вода-ацетонитрил, 6 : 1)	100 $мм^3$/мин
длина волны УФ-детектора	202 нм
скорость движения диаграммной ленты	1,5 мм/мин
чувствительность детектора	0,4
диапазон измерения самописца	100 мВ
максимальный объем вводимой пробы	10 $мм^3$
время удерживания диэтилфталата	18 мин 30 сек
элюирующий объем	1850 $мм^3$
эффективность колонки по диэтилфталату	450 т. т.

На полученной хроматограмме измеряют площади пиков и строят градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пиков ($мм^2$) от массы диэтилфталата в хроматографируемом объеме пробы (мкг). Проверку градуировочной характеристики следует проводить при изменении условий анализа или партии реактивов, но не реже 1 раза в месяц.

7.3. Отбор проб

Отбор проб воздуха проводят согласно ГОСТу 17.2.3.01-86.

Воздух со скоростью 20 $дм^3$/мин аспирируют через 2 последовательно соединенных сосуда Рыхтера, содержащих по 3,0 $см^3$

пропиленкарбоната каждый, в течение 30 мин. Срок хранения проб в закрытых сосудах в холодильнике – в течение суток.

8. Выполнение измерений

Растворы из поглотительных сосудов Рыхтера анализируют раздельно. Содержимое каждого из сосудов переносят в отдельную пробирку с пришлифованной пробкой. При необходимости объём растворов доводят до 3 $см^3$ пропиленкарбонатом.

Хроматографирование полученных растворов проводят в тех же условиях по отношению к тому же элюенту, что и при построении градуировочного графика (п. 7.2). На полученной хроматограмме измеряют площади пиков диэтилфталата и по градуировочной характеристике определяют массу диэтилфталата в пробе.

Если во втором поглотительном сосуде обнаружено наличие диэтилфталата, то расчёт его в воздухе проводят отдельно на основе данных каждого поглотительного сосуда и результаты суммируют.

9. Вычисление результатов измерений

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

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

m – масса диэтилфталата в хроматографируемом объёме пробы, найденная по градуировочной характеристике, мкг;

V_1 – объём пробы, взятой на хроматографирование, $см^3$;

V_2 – общий объём анализируемого раствора, $см^3$;

V_0 – объём воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным 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 – объём пробы воздуха, $дм^3$.

Методические указания разработаны Л. А. Бернштейном, Е. А. Осиповой, Е. И. Пичужкиной, В. Е. Эманом (НИИ «Экотокс», г. Москва).

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