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 4.1.601—96
Дата введения – с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методические указания по газохроматографическому определению ацетоуксусного эфира в атмосферном воздухе

Настоящие методические указания устанавливают газохроматографическую методику количественного химического анализа атмосферного воздуха для определения в нем содержания ацетоуксусного эфира в диапазоне концентраций 0,06—6,0 мг/м^3.

$C_6H_{10}O_3$ Мол. масса 130,15

Ацетоуксусный эфир (этиловый эфир ацетоуксусной кислоты) – бесцветная жидкость со специфическим запахом. Температура кипения – 180 °С. Температура плавления – 45 °С. Плотность – 1,025 г/см^3. Хорошо растворяется в воде, хлороформе, пропиленкарбонате. В воздухе находится в виде паров.

Обладает наркотическим и раздражающим действием. ОБУВ для атмосферного воздуха населенных мест – 1 мг/м^3.

1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей ±25 %, 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 ацетоуксусного эфира выполняют методом газожидкостной хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием. Концентрирование ацетоуксусного эфира из воздуха осуществляют в жидкую поглотительную среду (пропиленкарбонат).

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы – 0,024 мкг.

Определению не мешает присутствие ацетона и уксусной кислоты.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

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

3.1. Средства измерений

Хроматограф газовый с пламенно-ионизационным детектором	
Барометр-анероид М-67	ТУ 2504-1797-75
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104-80Е
Линейка измерительная	ГОСТ 427-75
Меры массы	ГОСТ 7328-82Е
Микрошприц типа МШ-10М	ГОСТ 8043-75
Посуда стеклянная лабораторная	ГОСТ 1770-74Е, 20292-74Е
Секундомер	ГОСТ 5072-79
Термометр лабораторный шкальный	ГОСТ 215-73Е
Электроаспиратор типа ЭА-1	ОСТ 95.10052-84

3.2. Вспомогательные устройства

Вакуумный компрессор марки ВН-461М	
Дистиллятор	ТУ 61-1-721-79
Поглотительные приборы Рыхтера	ТУ 25-11.1136-75
Редуктор водородный	ТУ 26-05-463-76
Редуктор кислородный	ТУ 26-05-235-70
Ректификационная колонка длинной 1,5 м и внутренним диаметром 30 мм, флегмовое число 2, насадка из никелевых спиралек 3 х 3 х 0,1 мм	

Хроматографическая колонка из нержавеющей стали длиной 3 м и внутренним диаметром 2 мм

3.3 Материалы

Азот сжатый	ГОСТ 9393-74
Водород сжатый	ГОСТ 3022-89
Воздух сжатый	ГОСТ 11882-73
Стекловата или стекловолокно	
Стеклянные заглушки	

3.4. Реактивы

Ацетоуксусный эфир, ч.	ГОСТ 9799-79
Ацетон, ч. д. а.	ГОСТ 2603-79
Дистиллированная вода	ГОСТ 4517-75
Литий, металлический	
Пропиленкарбонат	ТУ 6-09-3933-75
Сферохром, фракция 0,315—0,500 мкн с 15 % полиэтиленгликольадипинатом (ПЭГА) (насадка для хроматографической колонки)	
Хлороформ, х. ч.	ТУ 06-09-4263-73

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 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 ацетоуксусного эфира для градуировки готовят в мерной колбе вместимостью 25 см^3. В колбу вносят 5—10 см^3 пропиленкарбоната и взвешивают, добавляют 4—5 капель ацетоуксусного эфира и снова взвешивают. По разности весов определяют массу вещества, объем доводят до метки пропиленкарбонатом и рассчитывают концентрацию ацетоуксусного эфира в растворе.

Рабочий раствор ацетоуксусного эфира для градуировки (с = 1000 мкг/см^3) готовят разбавлением исходного раствора пропиленкарбоната в мерной колбе. Срок хранения – 5 дней.

Очистка пропиленкарбоната. Очистку проводят под вакуумом путем ректификации в ректификационной колонке. Основную фракцию отбирают при температуре 61 °С (1 мм рт. ст.) в пределах колебаний ±1 °С. В куб помещают пропиленкарбонат и добавляют порошок металлического лития из расчета 1 г лития на 1 дм^3 вещества.

7.2. Подготовка хроматографической колонки

Хроматографическую колонку перед заполнением насадками промывают горячей водой, дистиллированной водой, ацетоном, гексаном и высушивают в токе газа-носителя. Заполнение хроматографической колонки насадкой проводят под вакуумом. Концы колонки закрывают стекловатой и, не подключая к детектору, кондиционируют в токе азота с расходом 30 см^3/мин при температуре 180 °С в течение 8 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 методом абсолютной градуировки на градуировочных растворах ацетоуксусного эфира. Для этого готовят 5-ти серий растворов для градуировки, каждая из которых состоит из 6-ти растворов. В мерные колбы вместимостью 50 $см^3$ вносят рабочий раствор для градуировки в соответсвии с табл. 1 и доводят объем до метки пропиленкарбонатом. Растворы тщательно перемешивают, в испаритель прибора вводят по 3 $мм^3$ каждого градуировочного раствора.

Таблица 1

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентрации ацетоуксусного эфира

Номер раствора для градуировки	1	2	3	4	5	6
Объем рабочего раствора (с = 1000 мкг/$см^3$), $см^3$	0	0,4	0,8	4,0	10,0	40,0
Содержание ацетоуксусного эфира, мкг/$мм^3$	0	0,008	0,016	0,08	0,2	0,8

Анализ градуировочных растворов проводят в следующих условиях:

температура термостата колонок	120 °С
температура детектора	190 °С
температура испарителя	180 °С
расход газа-носителя (азота)	30 $см^3$/мин
расход водорода	30 $см^3$/мин
расход воздуха	300 $см^3$/мин
скорость движения диаграммной ленты	180 мм/ч
чувствительность шкалы электрометра	2×10^{-11}
время удерживания ацетоуксусного эфира	10 мин

После полного выхода ацетоуксусного эфира температуру термостата колонки повышают до 180 °С и выдерживают 20 мин для полного удаления пропиленкарбоната из колонки. Для подготовки прибора к следующему измерению, температуру термостата колонки вновь понижают до 120 °С и выдерживают колонку в этом режиме в течение 10 мин.

На полученной хроматограмме рассчитывают площадь пика ацетоуксусного эфира и по средним значениям из 5-ти серий устанавливают градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика ($мм^2$) от массы (мкг). Проверку градуировочной характеристики проводят 1 раз в месяц и при смене партии реактивов.

7.4. 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 поглотительных прибора Рыхтера, содержащих по 3,0 $см^3$ пропиленкарбоната каждый, в течение 20 минут. После отбора пробы концы поглотительных сосудов фиксируют стеклянными заглушками. Срок хранения пробы в холодильнике – 7 дней.

8. Выполнение измерений

После отбора пробы содержимое каждого поглотительного прибора переносят в пробирку с пришлифованной пробкой, при необходимости объем раствора доводят до 3,0 $см^3$ пропиленкарбонатом и тщательно перемешивают. Растворы из поглотительных приборов анализируют раздельно. 3,0 $мм^3$ каждого раствора вводят в испаритель прибора и анализируют в условиях, указанных в п. 7.3.

На хроматограмме рассчитывают площадь пика ацетоуксусного эфира и по градуировочной характеристике определяют его массу в пробе. Если во втором поглотительном приборе обнаружено наличие ацетоуксусного эфира, то результаты суммируют.

9. Вычисление результатов измерений

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

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

m – масса ацетоуксусного эфира в I и II поглотительных приборах, найденная по градуировочной характеристике, мкг;

V_1 – общий объем пробы, $см^3$;

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

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

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

V_t – объем воздуха, отобранный для анализа, $дм^3$;
P – атмосферное давление в месте отбора пробы, мм рт. ст.;
t – температура воздуха в месте отбора пробы, °С.

Методические указания разработаны В. П. Субботиным, Л. А. Бернштейном, А. П. Парфеновым, Е. И. Пичужкиной (НИО «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