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 4.1.599—96
Дата введения – с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методические указания по газохроматографическому определению ацетальдегида в атмосферном воздухе

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

C_2H_4O Мол. масса 44,05

Ацетальдегид – бесцветная жидкость с удушающим запахом. Температура кипения – 20,16 °С, плотность – 0,7780 г/см^3. Смешивается во всех отношениях с водой и большинством органических растворителей.

Ацетальдегид раздражает слизистые оболочки, вызывает пневмонию и отек легких. ПДК для атмосферного воздуха населенных мест – 0,01 мг/м^3.

1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей ±23,4 %, 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 ацетальдегида выполняют методом газожидкостной хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием. Концентрирование ацетальдегида из воздуха осуществляют в поглотители Рыхтера, заполненные дистиллированной водой.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы – 2 мкг.

Определению не мешают: формальдегид, метилформиат, метилацетат, уксусная и муравьиная кислоты, диметиловый эфир.

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 24104-80 Е
Линейка масштабная	ГОСТ 17435-72
Лупа измерительная	ГОСТ 8309-75
Меры массы,	ГОСТ 7328-82Е
Микрошприц типа МШ-10М	ГОСТ 8043-75
Посуда стеклянная лабораторная	ГОСТ 1770-74Е, 20292-74 Е
Секундомер СДС пр-1-2-000	ГОСТ 5072-79
Термометр лабораторный шкальный	ГОСТ 215-73 Е
Цилиндр мерный вместимостью 50 $см^3$	ГОСТ 1770-74
Шприц медицинский вместимостью 2 или 5 $см^3$	ТУ 64-1-378-83

3.2. Вспомогательные устройства

Аспиратор М-822	
Баня водяная	
Вакуумный насос	ТУ 26-06-459-69
Дистиллятор	ТУ 61-1-721-79

Поглотительный сосуд Рыхтера 3Р	
Редуктор водородный	ТУ 26-05-463-76
Редуктор кислородный	ТУ 26-05-235-70
Стеклянный флакон вместимостью 30 $см^3$ с навинчивающейся пластмассовой крышкой с отверстием 3 мм и вставкой из самоуплотняющейся резины	ТУ 64-2-109-72
Сушильный шкаф	ТУ 16-531-639-78
Холодильник бытовой или любой другой	ТУ 27-04-481-75
Хроматографическая колонка из стекла или нержавеющей стали длиной 3 м и внутренним диаметром 3 мм	

3.3. Материалы

Азот сжатый	ГОСТ 9293-74
Водород сжатый	ГОСТ 3022-89
Воздух сжатый	ГОСТ 11882-73
Лед	
Стекловата или стекловолокно	
Стеклянные заглушки	

3.4. Реактивы

Ацетальдегид, ч. (свежеперегнанный, хранят в холодильнике)	
Ацетон, х. ч.	ГОСТ 2603-79
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-77
Натрий сернокислый безводный	ГОСТ 4166-76
1,2,3-трис(бетацианэтокси)пропан – неподвижная жидкая фаза	
Хлороформ, х. ч.	ТУ 06-09-06-800-76
Хромосорб-Р (0,20—0,25 мм) – твердый носитель (производство США)	
Этиловый спирт техн.	ГОСТ 18300-87

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

Исходный раствор ацетальдегида для градуировки (с = 0,2 мг/см^3). 100 мг ацетальдегида вносят в колбу вместимостью 500 см^3, объем доводят до метки водой и тщательно перемешивают. Срок хранения – не более двух недель в холодильнике.

Градуировочные растворы с массой ацетальдегида 20—40—80—160—320 и 400,0 мкг готовят соответствующим разбавлением 0,1—0,2—0,4—0,8—1,6 и 2,0 см^3 исходного раствора ацетальдегида в стеклянных флаконах с навинчивающейся пробкой. Срок хранения – 1 день.

7.2. Подготовка хроматографической колонки

Насадка для хроматографической колонки состоит из 20 % 1,2,3-трис(бетацианэтокси)пропана, нанесенного на хромосорб-Р. Для этого в фарфоровой чашке взвешивают 3,0 г 1,2,3-трис(бетацианэтокси)пропана и растворяют в 75 см^3 хлорофор-

ма. В полученный раствор вносят 15,0 г хромосорба-Р. Непрерывно помешивая содержимое чашки, выпаривают хлороформ на водяной бане до сыпучего состояния сорбента. Перед заполнением готовой насадкой хроматографическую колонку промывают органическими растворителями (ацетон, этиловый спирт) и высушивают. Заполнение хроматографической колонки насадкой проводят с помощью вакуумного насоса. Концы колонки закрывают стекловатой и, не подключая к детектору, кондиционируют при постепенном повышении температуры от 50 до 160 °С со скоростью 1 °С/мин. При 50 и 160 °С колонки выдерживают по 4 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. Она выражает зависимость высоты пика на хроматограмме (мм) от массы ацетальдегида (мкг) и строится по 5-ти сериям растворов для градуировки. Для этого в стеклянные флаконы с навинчивающейся пробкой помещают 5 градуировочных растворов по 20 $см^3$ и добавляют в каждый по 5 г сульфата натрия. Склянки закрывают сначала пробкой из самоуплотняющейся резины, а затем навинчивающейся пластмассовой пробкой и термостатируют в водяной бане при 55±1 °С 45 мин. Нагретым шприцем отбирают по 5 $см^3$ равновесной паровой фазы и вводят в испаритель хроматографа на анализ при следующих условиях:

температура термостата колонок	70 °С
температура испарителя	130 °С
расход газа-носителя (азота)	40 $см^3$/мин
расход водорода	30 $см^3$/мин
расход воздуха	300 $см^3$/мин
скорость движения диаграммной ленты	20 мм/мин
время удерживания ацетальдегида	2 мин 5 сек

На полученной хроматограмме измеряют высоту пика ацетальдегида и по средним результатам из 5-ти серий строят градуировочную характеристику. Проверку градуировочной характеристики проводят 1 раз в квартал и при смене партии реактивов.

7.4. Отбор проб

Отбор проб воздуха проводится согласно ГОСТу 17.2.3.01-86. Воздух со скоростью 10 дм^3/мин аспирируют через 2 последовательно соединенных поглотительных прибора Рыхтера 3Р, содержащих по 10 см^3 воды в каждом, в течение 25 мин. При температуре окружающего воздуха выше +5 °С их охлаждают смесью льда с водой. После отбора пробы концы поглотительных сосудов фиксируют стеклянными заглушками. Срок хранения пробы - не более 1-х суток.

8. Выполнение измерений

После отбора пробы воздуха содержимое обоих поглотителей сливают вместе в стеклянный флакон вместимостью 30 см^3 и добавляют 5 г сульфата натрия. Далее пробу обрабатывают в соответствии с п. 7.3. На хроматограмме рассчитывают высоту пика и по градуировочной характеристике определяют массу ацетальдегида в пробе.

9. Вычисление результатов измерений

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

$$C = \frac{M}{V_0}, \text{ где}$$

M - масса ацетальдегида в пробе, найденная по градуировочной характеристике, мкг;

V_0 - объем пробы воздуха, приведенный к нормальным условиям, дм^3:

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

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. Ф. Федониной (Всесоюзный научно-исследовательский и проектный институт мономеров ВНИПИМ г. Тула).

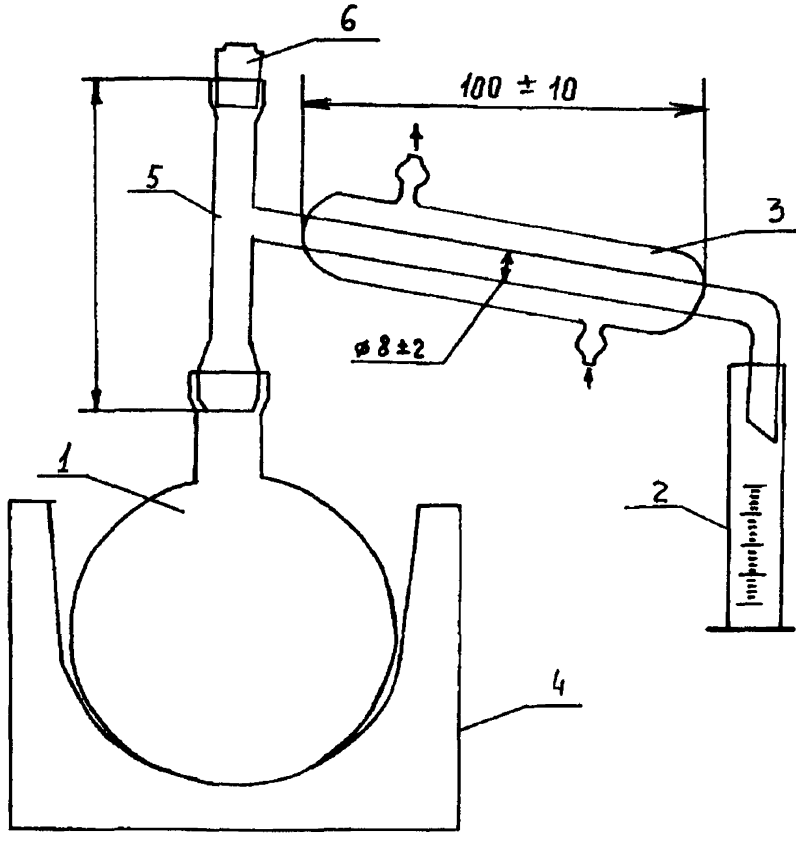


Рис. 1. *Установка для перегонки.*

1 - колба круглодонная на 1000 см3 ГОСТ 25336-82, 2 - цилиндр (пробирка) 2—5 ГОСТ 1770-74, 3 - Холодильник ГОСТ 25336-82, 4 - колбонагреватель, 5 - насадка НІ - 29/32-14/23-14/23 (изгиб И < 75°2К-29/32-14/23ТО) ГОСТ 25336-82, 6 - пробка (термометр).

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