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 4.1.593—96
Дата введения – с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методические указания по определению аминофенилуксусной кислоты в атмосферном воздухе потенциометрическим титрованием

Настоящие методические указания устанавливают методику количественного химического анализа атмосферного воздуха для определения в нем содержания аминофенилуксусной кислоты в диапазоне концентраций 0,05—0,5 мг/м^3 методом потенциометрического титрования.

$C_8H_9NO_2$ Мол. масса 151,17

Аминофенилуксусная кислота – белый порошок без запаха. Плавится при температуре 305—310 °С с разложением. Растворимость в воде не более 5 г/дм^3, хорошо растворяется в ледяной уксусной кислоте. В воздухе находится в виде аэрозоля.

Аминофенилуксусная кислота обладает слаботоксичными свойствами, не обладает раздражающим, аллергенным и кумулятивными свойствами. ОБУВ для атмосферного воздуха населенных мест – 0,05 мг/м^3.

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 выполнения измерений с погрешностью, не превышающей ±25 %, при доверительной вероятности 0,95.

2. Метод измерений

Измерение концентрации аминофенилуксусной кислоты выполняют методом потенциометрического титрования в смеси этилацетат-уксусная кислота с использованием в качестве титранта раствора хлорной кислоты в уксусной кислоте.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы 15 мкг.

Определению мешают все восстановители.

Определению не мешает ацетиламинофенилуксусная кислота.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

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

3.1. Средства измерений

Блок автоматического титрования БАТ-15 (с подводом титранта через полиэтиленовую трубку)	
Аспирационное устройство, модель 822, с расходомером	МРТУ 42-862-64
Барометр-анероид М-67	ТУ 2504-1797-75
Бюретка автоматическая	ГОСТ 20292-74
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104-80Е
Ионометр универсальный «ЭВ-74»	
Меры массы	ГОСТ 7328-82Е
Посуда стеклянная лабораторная	ГОСТ 1770-74Е и 20292-74Е
Пробирки с пришлифованными пробками вместимостью 10 $см^3$	ГОСТ 5072-79
Стеклянный электрод «ЭСЛ-43-07»	ГОСТ 5.2052-73
Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2; пределы 0—55 °С, цена деления 1 °С	ГОСТ 215-73Е
Электрод сравнения «ЭВЛ-ГМЗ», заполненный насыщенным раствором перхлората калия в ледяной уксусной кислоте	ГОСТ 5.182-72

3.2. Вспомогательные устройства

Магнитная мешалка
Фильтродержатель, производство ВО «Изотоп»

3.3. Материалы

Фильтр АФА-ВП-20, изготовитель ВО «Изотоп» ТУ 85-743-80

3.4. Реактивы

Аминофенилуксусная кислота	
Бифталат калия, х. ч.	ТУ 6-09-4433-77
Кислота уксусная ледяная, х. ч.	ГОСТ 18270-72
Кислота хлорная, х. ч.	ТУ 6-09-28782-73
Перхлорат калия, х. ч.	ТУ 6-09-3801-76
Этилацетат, свежеперегнанный	ГОСТ 8981-78

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 потенциометра 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 потенциометре.

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 не более 80 %.
- выполнение измерений на потециометре проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: приготовление растворов, проверка воспроизводимости анализа, отбор проб.

7.1. Приготовление растворов

Исходный титрующий раствор, 10^{-3} М раствор хлорной кислоты.

0,1 г (0,06 $см^3$) хлорной кислоты вносят в мерную колбу вместимостью 1,0 $дм^3$ и доводят до метки ледяной уксусной кислотой. Точную концентрацию раствора хлорной кислоты (моль/$дм^3$) рассчитывают по результатам потенциометрического титрования 30 $см^3$ стандартного раствора бифталата калия в уксусной кислоте:

$$C\,хлор.к-ты = 10^{-3} \cdot \frac{Vб.к.}{Vхлор.к-ты}, \text{ где}$$

Vб.к. – объем стандартного раствора бифталата калия, $см^3$;

Vхлор. к-ты – объем раствора хлорной кислоты, пошедший на титрование, $см^3$.

Раствор хлорной кислоты можно хранить в течение длительного времени.

Рабочий титрующий раствор, 10^{-4} М раствор хлорной кислоты.

100 $см^3$ исходного раствора вносят в мерную колбу вместимостью 1,0 $дм^3$ и доводят до метки ледяной уксусной кислотой. Раствор можно хранить в течение длительного времени.

Бифталата калия 10^{-3} М раствор.

В мерную колбу вместимостью 1,0 $дм^3$ вносят 0,2042 г бифталата калия и доводят объем до метки ледяной уксусной кислотой. Раствор устойчив в течение 3-х месяцев.

Насыщенный раствор перхлората калия.

Насыщенный раствор перхлората калия (для электрода сравнения) готовят растворением перхлората калия в ледяной уксусной кислоте при перемешивании. Перхлорат калия берут в избытке, затем раствор фильтруют. Раствор может храниться неограничено долго.

Исходный раствор для проверки воспроизводимости анализа (p = 1,5 мг/см^3).

75 мг аминофенилуксусной кислоты вносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доводят до метки ледяной уксусной кислотой и тщательно перемешивают. Срок хранения – 1 неделя.

Рабочий раствор для проверки воспроизводимости анализа (p = 0,015 мг/см^3).

1,0 см^3 исходного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем до метки ледяной уксусной кислотой и тщательно перемешивают. Срок хранения – 1 неделя.

7.2. Контроль погрешности измерений

В стакан вместимостью 50 см^3 вносят рабочий раствор согласно табл. 1, добавляют ледяной уксусной кислоты до 10 см^3, 20 см^3 этилацетата, опускают электроды и при постоянном перемешивании титруют раствором хлорной кислоты. Титрант добавляют порциями по 0,2 см^3, а вблизи скачка титрования по 0,1 см^3. После окончания титрования строят график потенциометрического титрования, откладывая на оси ординат значения потенциала (мв), а по оси абсцисс – объем хлорной кислоты (см^3). Точку эквивалентности находят методом касательных (она находится вблизи потенциала 470 мв). Из графиков потенциометрического титрования определяют количество хлорной кислоты, пошедшее на титрование каждого рабочего раствора. Подставляя эти значения в уравнение, рассчитывают количество (мкг) аминофенилуксусной кислоты в рабочем растворе:

$$a = V_{\text{хлор. к-ты}} \cdot A \cdot m \cdot 1000, \text{ где}$$

$V_{\text{хлор. к-ты}}$ – объем раствора хлорной кислоты, пошедший на титрование рабочего градуировочного раствора, см^3;

A – концентрация хлорной кислоты, моль/дм^3;

m – молекулярная масса аминофенилуксусной кислоты, г.

Сравнивая полученные результаты с данными табл. 1, определяют воспроизводимость анализа. Если ошибка в определении массы вещества в градуировочных растворах не превышает 16 %, воспроизводимость считается удовлетворительной.

Таблица 1

Растворы для проверки воспроизводимости анализа при определении концентрации аминофенилуксусной кислоты

Номер раствора	1	2	3	4
Количество рабочего раствора (с = 0,015 мг/см^3), см^3	1,0	4,0	6,0	10,0
Количество ледяной уксусной к-ты, см^3	9,0	6,0	4,0	0
Масса аминофенилуксусной кислоты, мкг	15	60	90	

7.3. Отбор проб

Отбор проб воздуха проводят согласно ГОСТу 17.2.3.01-86. Воздух со скоростью 10 дм^3/мин аспирируют через фильтр АФА-ВП-20, закрепленный в фильтродержателе. Продолжительность отбора 30 минут. Фильтр складывают загрязненной стороной вовнутрь и помещают в закрытую емкость. Срок хранения проб – 5 суток.

8. Выполнение измерений

Фильтр с отобранной пробой переносят в стакан вместимостью 50 см^3, добавляют 20 см^3 этилацетата, помещают в стакан магнитную мешалку и при перемешивании добиваются полного растворения материала фильтра. Затем добавляют 10 см^3 ледяной уксусной кистоты. Наблюдают помутнение раствора, обусловленное нерастворимостью материала фильтра в этой смеси растворителей, но аминофенилуксусная кислота при этом полностью растворяется.

В стакан опускают электроды и титруют раствором хлорной кислоты в условиях, указанных в п. 7.2 «Проверка воспроизводимости анализа». Затем таким же образом титруют смесь 20 см^3 этилацетата и 10 см^3 ледяной уксусной кислоты, в которой растворен чистый фильтр.

Из графиков потенциометрического титрования определяют объемы хлорной кислоты, пошедшие на титрование опытной и контрольной проб.

9. Вычисление результатов измерений

Концентрацию D(-)-аминофенилуксусной кислоты, L(+)-аминофенилуксусной и D,L-аминофенилуксусной кислот (мг/м^3) в атмосферном воздухе вычисляют по формуле:

$$C = \frac{(V_x - V_к) \cdot A \cdot m \cdot 1000}{V_0}, \text{ где}$$

m – молекулярная масса аминофенилуксусной кислоты, г;

$V_к$ – контрольная проба (объем раствора хлорной кислоты, пошедшего на титрование смеси этилацетата и ледяной уксусной кислоты), см^3;

V_x – объем раствора хлорной кислоты, пошедшего на титрование анализируемого раствора, см^3;

A – концентрация хлорной кислоты, моль/дм^3;

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

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

Vt – 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 Гижларян М. С. (НПО «Наирит», г. Ереван).

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