**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 $\beta$-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».

УТВЕРЖДАЮ

Главный государственный санитарный врач Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
27 апреля 1997 года
МУК 4.1.666—97
Дата введения – с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

# Методические указания по измерению концентрации волокон асбеста в атмосферном воздухе населенных мест

## 1. Общие положения

Методика предназначена для определения концентрации взвешенных в атмосферном воздухе населенных пунктов респирабельных волокон асбеста в диапазоне 0,03—0,6 волокон/см$^3$ при объеме анализируемого воздуха 400 дм$^3$. Используется для измерения среднесуточных концентраций. Подсчет волокон проводится с применением фазово-контрастного оптического и трансмиссионного электронного микроскопов. Основной контроль осуществляется с применением оптического микроскопа. Электронный микроскоп используется при необходимости подсчета общего числа волокнистых частиц, т. е. не только респирабельных волокон.

При разработке методики использованы рекомендации стандартного метода определения концентрации взвешенных в воздухе рабочих мест волокон асбеста с помощью оптической микроскопии, разработанный Международной асбестовой ассоциацией (AIA) и методики определения асбестовых волокон

Издание официальное

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

в окружающем воздухе методом трансмиссионной электронной микроскопии (стандарт ISO/TS 146 199—98—02).

## 2. Погрешность измерений

При определении концентрации волокон асбеста в атмосфере в диапазоне 0,03—0,6 волокон/см$^3$ суммарная погрешность при доверительной вероятности 0,95 не превышает 32 % (при использовании оптического микроскопа) и 65 % (при использовании электронного микроскопа).

## 3. Метод измерения

Метод заключается в отборе пробы пыли на мембранный фильтр путем пропускания через него воздуха с помощью аспиратора (воздуходувки), просветлении части фильтра в парах ацетона и триацетине, подсчете волокон определенной длины и диаметра под фазово-контрастным оптическим или трансмиссионным электронным микроскопами и расчете концентрации волокон в воздухе, которая вычисляется с учетом количества волокон на поверхности фильтра и общего объема воздуха, пропущенного через него.

## 4. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

При выполнении измерений должны быть применены следующие средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы.

### *4.1. Вспомогательные устройства и средства измерений*

Пробоотборник «Gilian» (Канада), снабженный встроенным ротаметром, позволяющим контролировать расход воздуха от 0,5 до 3,5 л/мин с погрешностью не более 2,5 %.

**Примечание:** *допускается применение других пробоотборников, обеспечивающих пропускание воздуха без пульсаций в сочетании с газовыми счетчиками или измерителями расхода. В этом случае необходим стабилизатор расхода воздуха типа моностата.*

Держатель фильтра, снабженный защитной оболочкой (кожухом), предохраняющей фильтр от загрязнения.

Фазово-контрастный оптический микроскоп Zaborlux S, укомплектованный:

- окулярным измерителем Валтона/Бекетта диаметром 100±2 мкм (приложение 1);

• контрольным стеклом HSE/NPL (приложение 2);
• объект-микрометром для калибровки сетки Валтона/Бекетта (приложение 3);
• объективом бифокальным ахроматическим с фазовым контрастом, увеличением $10^x$ и $40^x$; объектив $40^x$ должен обладать аппертурой 0,65;
• вспомогательным микроскопом для юстировки основного прибора;
• зеленым фильтром.

**Примечание:** *могут быть использованы микроскопы других типов, обеспечивающие фазовый контраст и увеличение $480^x$—$500^x$.*

| | |
|---|---|
| Установка для просветления мембранных фильтров фирмы Quick Fix (США) или другая (см. приложение 4). | |
| Предметные стекла | |
| Покровные стекла толщиной 0,17 мм | ГОСТ 6672-75 |
| Электронный микроскоп просвечивающего типа ЭВМ—100Л, ЦФЗ.854.006.РС, ПЭМ100 1.720.052.РС и др., обеспечивающий получение картин микродифракции | |
| Вакуумные универсальный пост ВУП4ЦФ2.250.656.ТО или ВУП52.950.161.ПС для напыления угольной пленки | |
| Шприц с иглой № 22 | |
| Пинцет | |
| Фильтры мембранные многослойные, изготовленные из смеси эфиров или нитрата целлюлозы диаметром 25 мм и размерами пор 0,8 или 1,2 мкм фирмы Millipore или аналогичные | |
| Секундомер | ГОСТ 5072-79Е |
| Барометр-анероид М-67 | ТУ 2504-1797 75 |
| Термометр ТМ-8; пределы измерения от -35 до -40 °С | ГОСТ 112-78Е |

*4.2. Реактивы и материалы*

| | |
|---|---|
| Ацетон, ч. д. а. | ГОСТ 2603-79 |
| Триацетат глицерина (триацетин) без запаха уксусной кислоты | |
| Заказной реактив | |
| Спирт этиловый ректификованный | ГОСТ 5962-67 |

Угли спектральные, СЗ-6 х 200 ТУ 16.539.019-69
Медная сетка-подложка с периодом 60 мкм ЦФ7.211.003

## 5. Требования безопасности

Все работы по просветлению фильтров в парах ацетона проводятся в вытяжном шкафу.

## 6. Требования к квалификации операторов

К выполнению исследований по данной методике допускаются лица, владеющие техникой работы на фазово-контрастном оптическом микроскопе и владеющие методом электронного микроскопирования.

## 7. Условия выполнения измерений

В помещениях, в которых проводится подготовка фильтров и выполнение измерений (подсчет волокон), должны соблюдаться условия, не допускающие загрязнения проб и искажения результатов измерений.

Работы по подготовке препаратов к подсчету волокон должны выполняться по ГОСТу 15150-69:

- температура воздуха (20±10) °С;
- атмосферное давление 84—106,7 кПа (690—800 мм рт. ст.);
- влажность воздуха не более 80 % при температуре 25 °С.

## 8. Подготовка к выполнению измерений

### *8.1 Подготовка фильтров*

Для отбора проб используются мембранные многослойные фильтры из эфиров целлюлозы с диаметром пор 0,8 или 1,2 мкм фирмы «Millipore». Перед употреблением по 1 фильтру из каждой партии (25 шт.) проверяют на загрязненность асбестом, которая не должна превышать 3-х волокон на 100 полей отсчета. Фильтры вставляют в лаборатории в специальные патроны на опорные мембраны, служащие как для поддержки фильтров, так и для равномерного распределения воздуха по его поверхности. Затем патроны герметизируют крышками.

### *8.2. Отбор проб*

Пробы на асбест отбирают в пункте, оснащенном вводом для суточного отбора проб (например, «ПОСТ-2»). Патрон с фильтром освобождают от крышки и герметично присоединяют широким отверстием вверх к воздуховоду для отбора суточных

проб. При отборе проб в полевых условиях фильтродержатель укрепляют на высоте 1,5—2 м от земли широким отверстием вниз. Узкий конец фильтродержателя присоединяют к аспиратору, рассчитанному на непрерывную работу в течение суток и обеспечивающему расход воздуха через фильтр 0,3 дм$^3$/мин. При отсутствии специального аспиратора для этих целей может быть использован микрокомпрессор, служащий для аэрации аквариумов, дополненный штуцером для засасывания воздуха. На выходе компрессора, т. е. с противоположной от фильтра стороны, устанавливают счетчик объема воздуха (приложение 3). Включают аспиратор и устанавливают расход воздуха 0,3 дм$^3$/мин. Отбор проб проводят непрерывно в течение 24 ч. После окончания отбора проб фильтродержатель сразу же герметизируют крышкой и заглушкой. Срок хранения проб не ограничен. Допускается дискретный отбор 4 раза в сутки продолжительностью по 30 мин с расходом воздуха 3,5 дм$^3$/мин и отбор по другим программам, предусмотренным «Руководством по контролю загрязнения атмосферы» (РД 52.04.186—89) при расходе воздуха, обеспечивающим общий объем 400 дм$^3$.

Для определения количества волокон на холостой пробе из каждой партии подготовленных фильтродержателей выбирают 1, через который не протягивают воздух, но который находится в точке отбора. Фильтр-свидетель затем обрабатывается так же, как и фильтр с пробой. Холостая проба (фильтр-свидетель) должна содержать не более 3-х волокон на 100 полей отсчета. В случае превышения этого числа вся партия проб с данной холостой пробой бракуется.

Транспортировка экспонированных фильтров осуществляется в закрытых крышкой и заглушкой фильтродержателях, помещенных в полиэтиленовые мешки. Фильтродержатели открывают непосредственно перед подготовкой фильтров к просветлению.

### *8.3. Подготовка препаратов*

#### *8.3.1. Разрезание фильтра на части*

Извлеченный из держателя с помощью пинцета фильтр помещают на предметное стекло осадком кверху и разрезают скальпелем пополам. Разрезание ножницами не допускается.

Одна половина фильтра предназначается для подсчета волокон методом оптической микроскопии, вторая – с приме-

нением электронного микроскопа. Последняя сохраняется в течение 2-х месяцев в условиях, исключающих загрязнение, например, в чашках Петри.

### *8.3.2. Подготовка препарата для подсчета волокон под оптическим микроскопом*

Половина фильтра, размещенная на предметном стекле пыльной стороной кверху, помещается в среду паров ацетона. Через 2—3 с фильтр становится прозрачным. С помощью шприца с иглой № 22 на просветленный фильтр наносится 1—2 капли триацетина, после чего фильтр закрывается покровным стеклом. Для ускорения процесса окончательного просветления препарат можно подогреть в течение 30 мин при температуре 50 °С. Однако предпочтительнее проводить анализ через 24 ч, чтобы фильтр полностью и равномерно подвергался действию триацетина.

### *8.3.3. Подготовка препарата для подсчета волокон под электронным микроскопом*

*Напыление угольной пленки.*

Вторые половины фильтров с пылью крепятся пылевым осадком вверх на предметном столике под колоколом вакуум-испарителя для покрытия угольной пленкой. Напыление проводится в соответствии с инструкцией по эксплуатации вакуумных универсальных постов ВУП-4 и ВУП-5. Толщина угольной пленки должна быть 200—700 А для исследования методом электронной микроскопии при ускоряющем напряжении 75 кВ.

*Просветление фильтра.*

Пробойником, диаметр которого равен диаметру объектодержателя электронного микроскопа, из напыленного угольной пленкой фильтра вырезаются образцы по схеме, приведенной на рис. 1. Они монтируются на медной сетке-подложке такого же диаметра и помещаются на фильтровальной бумаге в герметично закрытый сосуд с ацетоном или диметилформамидом. При этом уровень растворителя должен быть ниже положения образцов. Время полного растворения фильтра на медной сетке-подложке 20—24 ч. После растворения материала фильтра на подложке остается угольная реплика, на которой сохраняются все частицы пыли и их взаимное расположение.

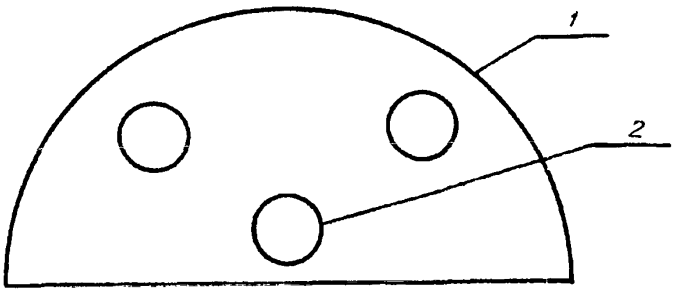


**Рис. 1.** *Схема подготовки образцов для исследований под электронным микроскопом.*

*1 - фильтр, 2 - вырезаемая пробойником часть для анализа.*

*Настройка приборов.*

Настройка оптического и электронного микроскопов осуществляется в соответствии с инструкциями заводов-изготовителей.

Проверка разрешающей способности оптического микроскопа и тестирование оператора осуществляется с помощью контрольного стекла HSE/NPL (приложение 2).

## 9. Выполнение измерений

### *9.1. Подсчет волокон при использовании оптического микроскопа*

Образцы изображения асбестовых волокон, которые могут встречаться в атмосферном воздухе приведены в приложении 5.

#### *9.1.1. Обзор при малом увеличении*

При общем 100—150-кратном увеличении контролируется поверхность фильтра. Обзорные поля по всей поверхности фильтра должны быть однородными по плотности пыли. Если на фильтре наблюдаются значительные отличия по плотности, то фильтр должен быть исключен из подсчета.

#### *9.1.2. Выбор обзорных полей*

При увеличении $500^{x}$ (объектив с 40-кратным увеличением) фокусируется запыленная поверхность фильтра при концентрически

установленных фазовых кольцах объектива и конденсора. Фокусировка проводится на всю глубину залегания волокон на фильтре.

Для подсчета волокон обзорные поля выбираются произвольно (случайно) по всей поверхности фильтра. Не подсчитываются волокна, лежащие на расстоянии до 3 мм от края фильтра и в области шириной 2 мм от линии разреза.

#### *9.1.3. Критерии подсчета*

Подсчитываются все респирабельные волокна, т. е. частицы, имеющие длину более 5 мкм, диаметр менее 3 мкм и соотношение длина/диаметр не менее, чем 3 : 1.

Частица, у которой оба конца лежит внутри поля отсчета, ограниченного площадью сетки Валтона/Бекетта, подсчитываются как одно волокно, частица с одним концом в поле отсчета – как 1/2 волокна.

Если более 1/8 части оцениваемого поля покрыта непрозрачными агрегатами волокон или волокон и зернистых частиц, то это поле не учитывается. Подсчитываются волокна на 100 полях отсчета. Аналогичный подсчет волокон ведется и на фильтре-свидетеле.

### *9.2. Подсчет волокон при использовании электронного микроскопа*

Подсчитываются волокна на 300 полях отсчета, каждое из которых ограничено площадью ячейки сетки-подложки в свете по тем же критериям, что в п. 9.1.3, причем подсчитываются только респирабельные асбестовые волокна. Электронный микроскоп позволяет подсчитывать волокна меньших размеров, если в этом есть необходимость.

## 10. Вычисление результатов измерений

### *10.1. Расчет концентрации волокон по данным подсчета с применением оптической микроскопии*

Расчет концентрации выполняется по формуле:

$$K = \left(\frac{N}{n} - \frac{N_1}{n_1}\right) A_{1000}\, avt = \frac{385\left(\frac{N}{100} - \frac{N_1}{100}\right)}{100 \cdot 0{,}00785\, vt} = 0{,}49\,\frac{N - N_1}{VT}, \text{ где} \qquad (1)$$

K – концентрация волокон, волокно/см$^3$;

N – количество подсчитанных волокон на 100 полях фильтра с пылью;

$N_1$ – количество подсчитанных волокон на 100 полях фильтра-свидетеля («холостая» проба);

n – число полей, на которых велся подсчет волокон на фильтре с пылью (n = 100);

$n_1$ – число полей фильтра-свидетеля, на которых подсчитывались волокна ($n_1$ = 100);

A – эффективная площадь фильтра (A = 385 $мм^2$);

a – площадь поля отсчета, $мм^2$ (a = 0,00785 при диаметре сетки Валтона/Бекетта 100 мкм);

v – расход воздуха, $дм^3$/мин, приведенный к нормальным условиям;

t – продолжительность отбора пробы, мин.

### *10. 2. Расчет концентрации волокон по результатам подсчета с применением электронного микроскопа*

Концентрация волокон определяется аналогично расчетам по данным оптической микроскопии (формула 1). При этом рассчитывается предварительно площадь поля отсчета, ограниченная площадью ячейки медной сетки-подложки и учитывается другое количество полей (n = 300).

За результат анализа принимается значение концентрации респирабельных волокон.

Результат подсчета волокон и расчета концентрации заносится в журнал. Форма записи приведена в приложении 6.

### *10.3. Контроль погрешности измерений*

Контроль погрешности измерений приводится один раз в три месяца.

Для этих целей используется перемаркированный ранее просчитанный фильтр, на котором вновь определяется количество волокон.

Если число подсчитанных вновь волокон на 100 полях отсчета находится в интервале 0,75—1,25 от ранее определенного количества или от среднего значения нескольких ранее проведенных измерений, то погрешность соответствует установленной при аттестации методики. Метрологическая аттестация методики проводится в установленные сроки.

*Методические указания разработаны: Г. В. Богдановым, Н. Д. Рауза (ВНИИ проектасбест, г. Асбест Свердловской области), Н. Ш. Вольберг (ГГО им. А. И. Воейкова).*

**Приложение 1**
**(обязательное)**

***Окулярный измеритель Валтона/Бекетта***

Измеритель, предназначенный для оценки размеров волокон, должен отвечать следующим требованиям:

- иметь точные и четкие деления по 5 мкм;
- иметь точные и четкие деления по 3 мкм, что особенно важно для классификации волокон по дисперсному составу;
- иметь точно обозначенные контуры центральной части поля зрения, которая должна занимать менее 1/5 обзорного поля микроскопа.

Измеритель Валтона/Бекетта (рис. 2) отвечает этим требованиям. Он изготовляется фирмой graticules LTd. Sovering Way. Botany Leading Estate.

Тип измерителя С-22. Диаметр круглого обзорного поля при увеличении $500^{x}$ должен составлять 100±2 мкм.

Перед проведением подсчета волокон с применением фазово-контрастного микроскопа окулярный измеритель калибруется при помощи объект-микрометра (микрометрический измеритель) следующим образом.

1. Микрометрический измеритель, предпочтительнее со шкалой от 2 до 10 мкм, размещают на столике микроскопа.
2. Контролируют межцентровое глазное расстояние и масштаб увеличения объектива.
3. Микроскоп фиксируют на шкале микрометрического измерителя.
4. Окулярный измеритель устанавливают так, чтобы его диаметр был параллелен шкале микрометра. Определяют число делений, соответствующее диаметру измерителя Валтона/Бекетта.
5. Расстояние между двумя делениями шкалы определяют до десятой доли микрометра.

Например, если измеритель Валтона/Бекетта соответствует по шкале микрометрического измерителя 10-ти целым делениям и около 1/3 деления, то это означает, что его диаметр равен 103 мкм.

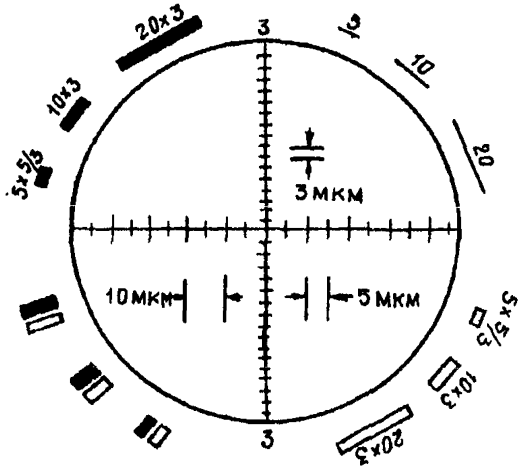


**Рис. 2.** *Окулярный измеритель Валтона-Бекетта.*

Приложение 2
(справочное)

### *Контрольные стекла для определения границы разрешающей способности микроскопа*

Для определения границы разрешающей способности микроскопа используется стекло марки HSE/NPL Test slide mark II (рис. 3).

Поставщик: Институт асбеста по гигиене и безопасности труда и окружающей среды.

Гермецер Штрассе 1, 4040, Нейсс, ФРГ.

Нанесенные 7 серий линий позволяют установить различимость объектов.

Оператор последовательно наблюдает за видимостью серий штрихов, при этом наводка на резкость осуществляется на 1—3 сериях, оператор должен хорошо видеть 4-ю серию, слабо видеть 5-ю и не видеть 6 и 7. В этом случае различаются объекты размерами 0,44 мкм и не различаются 0,36 мкм. Граница различимости соответствует разрешающей способности микроскопа в 0,5 мкм. Эта разрешающая способность ограничена физическими возможностями микроскопа.

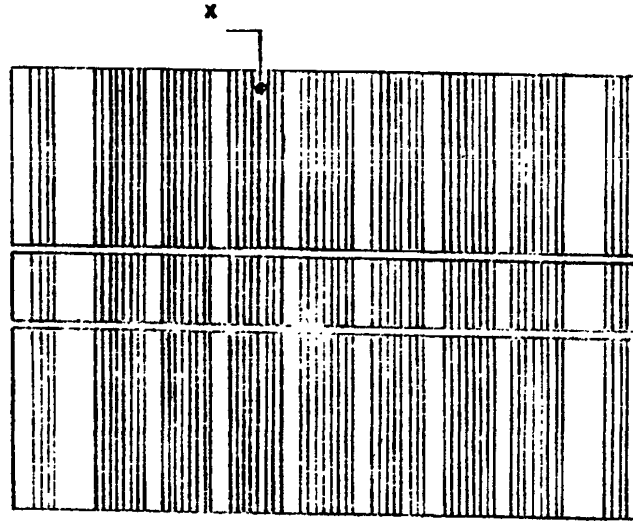


**Рис. 3.** *Контрольное стекло для определения границы разрешающей способности.*

Приложение 3
(справочное)

### *Установка для отбора среднесуточной пробы воздуха при определении концентрации волокон асбеста в атмосферном воздухе*

Установка рекомендуется для отбора проб в комплектных лабораториях «Пост-2» или аналогичных, имеющих специальный канал для отбора среднесуточных проб аэрозолей.

Установка (рис. 4) состоит из переходника 2, предназначенного для закрепления патрона с фильтром 3, вентиля 4, микрокомпрессора мембранного 5 (для аэрации аквариумов, дополнительно снабженного всасывающим патрубком), газового счетчика 6 (ГСБ-400 или РГ-40)

Изделия по позициям 2 (рис. 5) и 5 изготавливаются самостоятельно или мастерскими ГГО им А. И. Воейкова по специальному заказу.

Отбор проб с использованием установки производится следующим образом.

*1. Подготовка к отбору проб.*

В корпус переходника 2 помещают патрон-фильтродержатель 3 с вставленным в него фильтром так, чтобы торец патрона упирался в прокладку, после чего фиксируют фильтродержатель прижимной гайкой, слегка затянув ее. Затем собирают установку для отбора среднесуточных проб согласно схеме в следующем порядке

Присоединяют переходник 2 с патроном к резьбовому концу патрубка для отбора среднесуточных проб 1 в лаборатории «Пост-2». После этого к выходному патрубку патрона 3 через газовый вентиль 4 присоединяют входной патрубок микрокомпрессора 5. Далее соединяют выходной патрубок микрокомпрессора с входным патрубком газосчетчика 6.

Все соединения производят при помощи резиновой, либо пластиковой трубки, следя за соблюдением герметичности воздушных линий.

*2. Отбор проб.*

Для отбора среднесуточной пробы включают микрокомпрессор и регулируют с помощью вентиля по газосчетчику расход воздуха, равный (0,28±0,02) дм$^3$/мин.

Продолжительность отбора пробы – 24 ч.

Объем прокачанного воздуха вычисляют по разнице показаний газосчетчика до и после отбора пробы

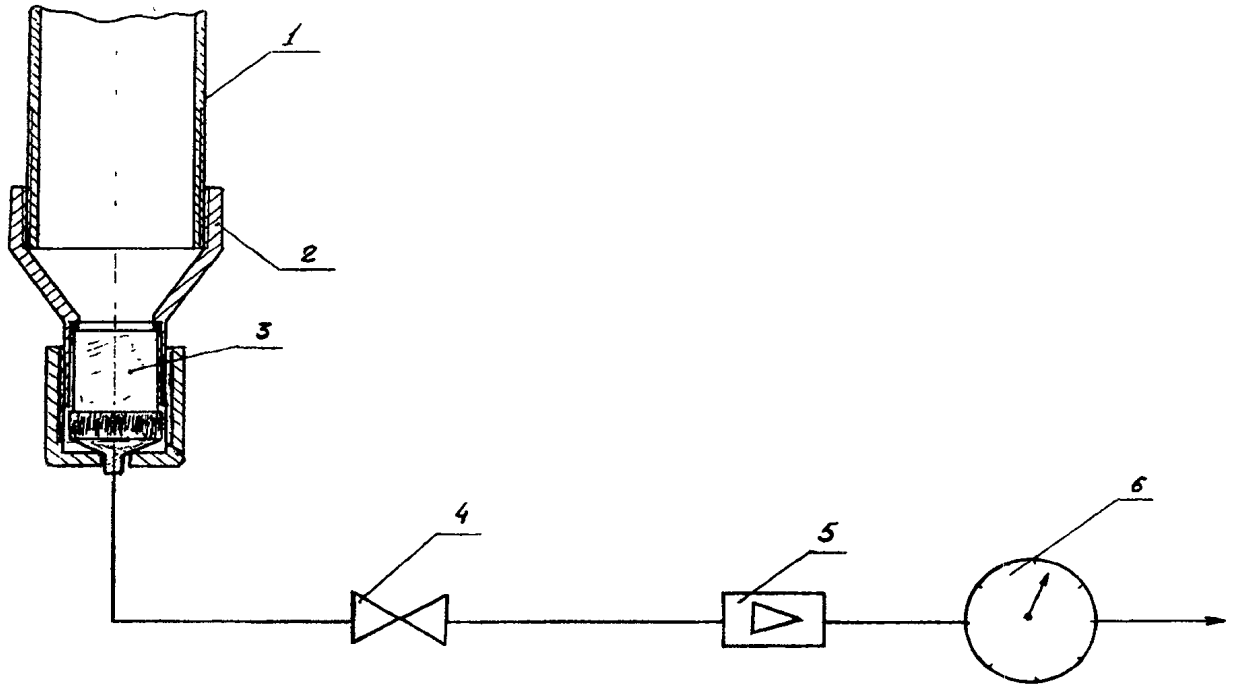


**Рис. 4.** *Установка для отбора проб воздуха при определении асбеста*

*1 – резьбовой конец патрубка для отбора среднесуточных проб, 2 – переходник, 3 – патрон с фильтром, 4 – вентиль, 5 – микрокомпрессор, 6 – газовый счетчик*

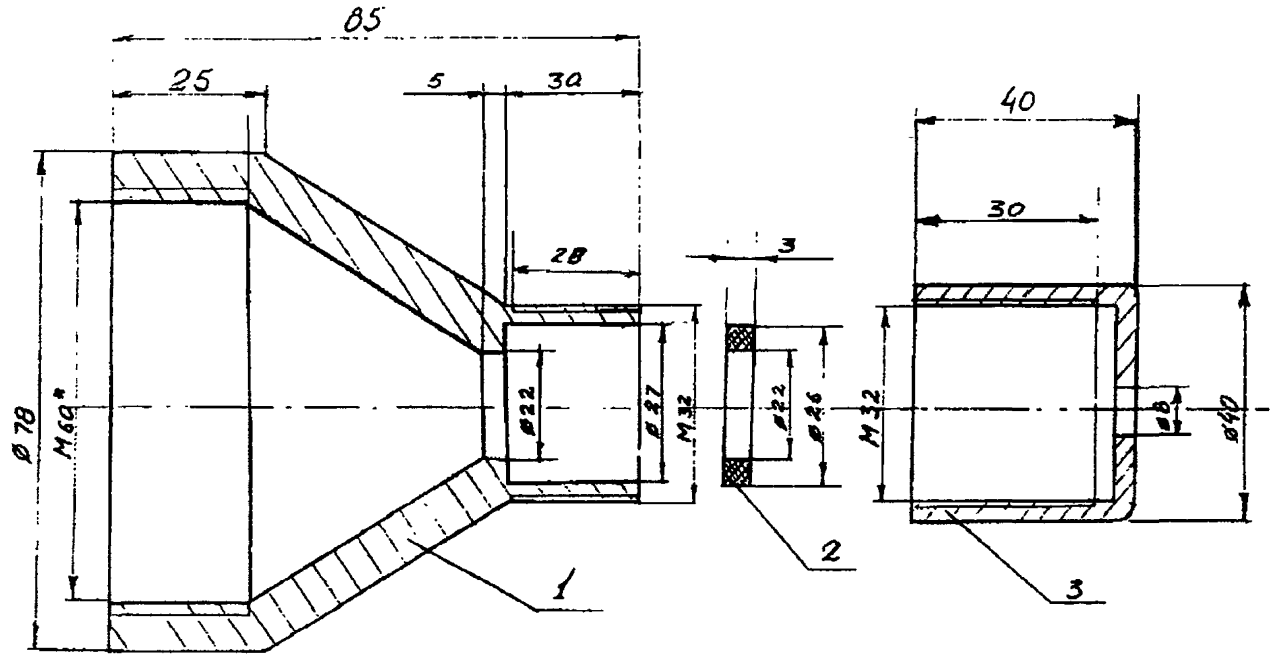


**Рис. 5.** *Переходник.*

*1 – корпус, 2 – резиновая прокладка, 3 – прижимная гайка.*

**Резьба должна быть согласована с резьбой на конце патрубка для отбора среднесуточных проб.*

Приложение 4
(справочное)

*Устройства для просветления фильтров в парах ацетона*

На рис. 6—7 показаны схемы установок для просветления фильтров в парах ацетона. Заделка препарата должна выполняться только в вытяжном шкафу. Нельзя работать вблизи открытого пламени.

Для нагревания ацетона могут использоваться водяная баня или горячая плита, а также инфракрасная лампа.

Процедура просветления заключается в следующем

• нагреть ацетон до кипения и подождать пока из отверстия не начнет выходить небольшое количество паров,

• поместить фильтр пыльной стороной кверху на предметное стекло при комнатной температуре Обычно электростатические силы удерживают фильтр на стекле;

• убедиться в том, что на фильтре нет капель жидкого ацетона, удержать с помощью пинцета предметное стекло в 15—20 мм от выходного отверстия в течение 3—5 с. В то же время медленно передвигать фильтр поперек выходного отверстия для того, чтобы обеспечить равномерное просветление. Предметное стекло предварительно не подогревается, так как для правильного просветления пары должны конденсироваться на нем;

• шприцом с иглой № 22 на осветленную поверхность нанести 1—2 капли триацетина и закрыть покровным стеклом.

Нельзя надавливать на покровное стекло Через 24 ч препарат готов к проведению исследований.

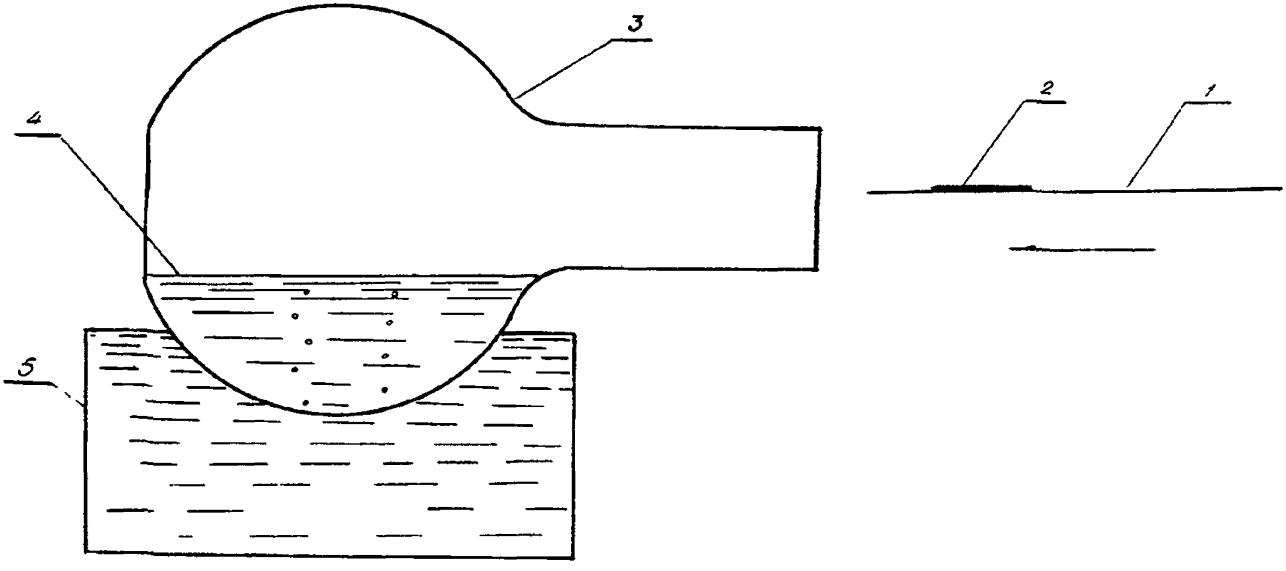


**Рис. 6.** *Способ просветления фильтра в парах ацетона*
*1 – предметное стекло, 2 – фильтр, 3 – колба, 4 – ацетон, 5 – водяная баня*

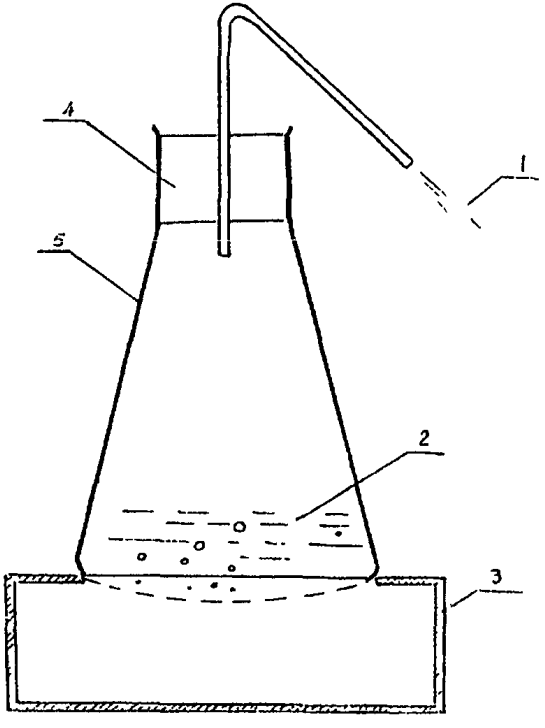


**Рис. 7.** *Получение паров ацетона для просветления фильтров*

*1 - пары ацетона, 2 - жидкий ацетон, 3 - водяная баня, 4 - притертая пробка, 5 - колба.*

**Приложение 5**
**(справочное)**

***Различные виды асбестовых волокон***

**1. Одиночные волокна (рис. 8а).**

Они легко идентифицируются и подсчитываются. Эти волокна чаще всего встречаются на мембранных фильтрах. У амозита и крокидолита волокна прямые, иглообразной формы. Хотя волокна хризотила иногда прямые, они чаще имеют криволинейную форму Волокна неоднородные и «неволокнообразные» тем не менее подлежат учету, если они отвечают основному определению волокна.

**2. Расщепленные волокна (рис. 8б).**

Обычно эти частицы выглядят как волокно (или волокна), расщепляющиеся от одного ствола. Исходя из того, что частица соответствует определению волокна по длине и толщине, она подсчитывается как одно волокно.

**3. Агрегаты волокон (рис. 9а).**

Эта группа состоит из волокон, прикрепленных к зернам или погруженных в неволокнистый материал. Последний может быть вмещающей породой, смолой, цементом и др. материалом, используемом в производстве асбестовых изделий. Если зерна не толще 3 мкм, то согласно определению, все волокна подсчитываются.

**4. Сгруппированные волокна (рис. 9б).**

Эта категория волокон образуется тогда, когда волокна накладываются друг на друга, вместе сложены или переплетены. Простейшим является случай, когда два волокна перекрывают и пересекают дргу друга. В этом случае каждое из волокон подсчитывается отдельно. Более сложным является случай, когда волокна лежат почти параллельно и кажутся выходящими из одного пучка Такой пучок принимается за одно волокно, если он имеет ширину не более 3 мкм и соответствует другим параметрам

Иногда группа волокон выглядит как неопределенное число спутанных нитей, происходящих из одного пучка волокон. Их нельзя рассматривать как волокна.

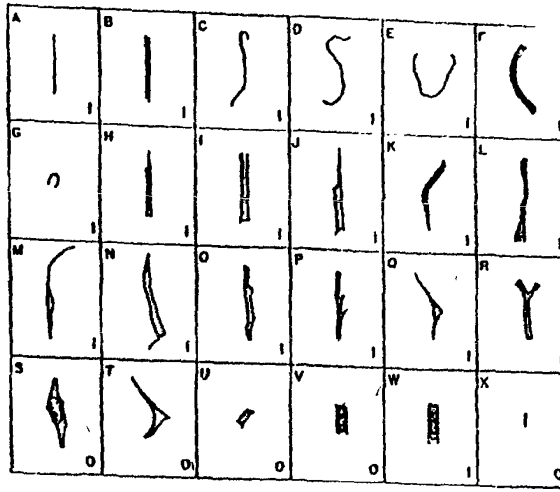


**Рис. 8а.** *Одиночные волокона.*

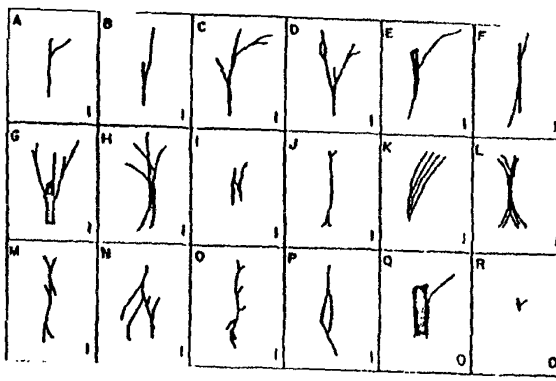


**Рис. 8б.** *Расщепленные волокна.*

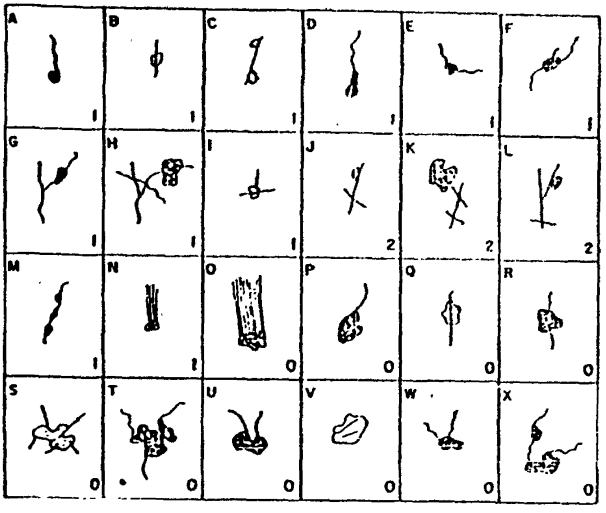


**Рис. 9а.** *Агрегаты волокон.*

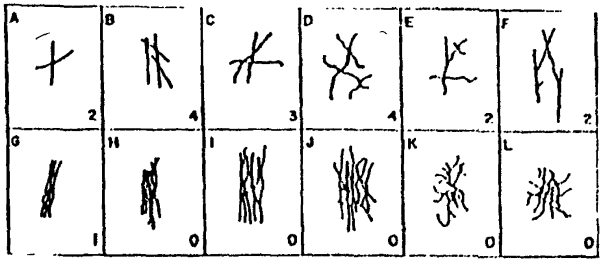


**Рис. 9б.** *Сгруппированные волокна.*

Приложение 6
(справочное)

*Форма учета подсчитанных волокон и рассчитанной концентрации (оптический микроскоп)*

| Номер фильтра |
|---|

Город_____
Дата отбора пробы «____»_____199____г
Место отбора пробы_____
Особые условия_____
Фамилия, и о. отбирающего пробу_____
Фамилия, и о. подсчитывающего волокна_____

| | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | |

Количество волокон_____
Число полей_____
Волокон/поле_____
Волокон/мм$^2$_____
Объем, приведенный к нормальным условиям, дм$^3$_____
Концентрация респирабельных волокон_____волокон/см$^3$
Подпись оператора, выполняющего
подсчет волокон_____
Дата подсчета волокон_____

**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