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

#### 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

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

## MYK 4.1.591-4.1.645-96, 4.1.662-97, 4.1.666-97

## Содержание

Область применения
Методические указания по газохроматографическому определению адамантана в атмосферном воздухе. МУК 4.1.591—96
Методические указания по газохроматографическому определению 2-аллилоксиэтилового спирта в атмосферном воздухе. МУК 4.1.592—96 14
Методические указания по определению аминофенилуксусной кис- лоты в атмосферном воздухе потенциометрическим титрованием. МУК 4.1.593—96
Методические указания по высокоэффективному жидкостному хрома- тографическому определению D(-)-α-аминофенилуксусной кислоты. МУК 4.1.594—96
Методические указания по определению 2-аминоэтилсерной кисло- ты в атмосферном воздухе методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.595—96
Методические указания по фотометрическому определению солей аммония сернокислого и аммония надсернокислого в атмосферном воздухе по иону аммония. МУК 4.1.596—96
Методические указания по газохроматографическому определению анилина, N-метиланилина, N,N-диметиланилина, О-толуидина, N-этил- анилина, N,N-диэтиланилина, N-этил-О-толуидина, N,N-диэтил-М- толуидина в атмосферном воздухе. МУК 4.1.597—96
Методические указания по газохроматографическому определению аро- матических, серосодержащих, галогеносодержащих веществ, метанола, ацетона и ацетонитрила в атмосферном вохдухе. МУК 4.1.598—96
Методические указания по газохроматографическому определению ацетальдегида в атмосферном воздухе. МУК 4.1.599—96
Методические указания по газохроматографическому определению ацетона, метанола и изопропанола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.600—96
Методические указания по газохроматографическому определению ацетоуксусного эфира в атмосферном воздухе. МУК 4.1.601—96 87
Методические указания по газохроматографическому определению беназола Π (2-/2'-гидрокси-5'-метилфенил/бензтриазол) в атмосферном воздухе. МУК 4.1.602—96
Методические указания по газохроматографическому определению бензилацетата в атмосферном воздухе. МУК 4.1.603—96
Методические указания по газохроматографическому определению бензилбензоата в атмосферном воздухе. МУК 4.1.604—96
Методические указания по фотометрическому определению п-бен- зохинона в атмосферном воздухе. МУК 4.1.605—96
Методические указания по газохроматографическому определению 1-бром- нафталина в атмосферном воздухе. МУК 4.1.606—96
Методические указания по определению винилхлорида в атмосферном воздухе методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.607—96

## MYK 4.1.591—4.1.645—96, 4.1.662—97, 4.1.666—97

Методические указания по определению гидрохинона в атмосферном воздухе методом тонкослойной хроматографии. МУК 4.1.608—96	143
Методические указания по газохроматографическому определению пивинилбензола 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 газокроматографическому определению мер- каптанов (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

## MYK 4.1.591-4.1.645-96, 4.1.662-97, 4.1.666-97

Методические указания по фотоколориметрическому определению 2-нафтола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.628—96
Методические указания по фотоколориметрическому определению нитрилов (C10—C16) 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
Методические указания по высокоэффективному жидкостному хро- матографическому определению нитробензола в атмосферном воз- духе. МУК 4.1.631—96
Методические указания по газохроматографическому определению пропилбензола, этилтолуолов, псевдокумола и нафталина в атмос- ферном воздухе. МУК 4.1.632—96
Методические указания по газохроматографическому определению псевдокумола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.633—96
Методические указания по определению ремантадина в атмосферном воздухе методом тонкослойной хроматографии. МУК 4.1.634—96
Методические указания по газохроматографическому определению терефталевой кислоты в атмосферном воздухе. МУК 4.1.635—96
Методические указания по определению тиомочевины в атмосферном воздухе методом тонкослойной хроматографии. МУК 4.1.636—96
Методические указания по газохроматографическому определению толуола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.637—96
Методические указания по газохроматографическому определению уксусной кислоты в атмосферном воздухе. МУК 4.1.638—96
Методические указания по фотоколориметрическому определению фурфурола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.639—96
Методические указания по газохроматографическому определению фурфурола и метилфурфурола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.640—96
Методические указания по определению хлорамина ХБ в атмосферном воздухе методом тонкослойной хроматографии. МУК 4.1.641—96
Методические указания по газохроматографическому определению хлорангидрида $\beta$ -ацетилмеркаптопропионовой кислоты в атмосфер-
ном воздухе. МУК 4.1.642—96
ра, брома, хлороводорода и бромоводорода в атмосферном воздухе. МУК 4.1.643—96
Методические указания по газохроматографическому определению п-хлорфенола в атмосферном воздухе. МУК 4.1.644—96
Методические указания по газохроматографическому определению клористого аллила в атмосферном воздухе. МУК 4.1.645—96
Методические указания по определению массовой концентрации стирола в атмосферном воздухе методом газовой хроматографии. МУК 4.1.662—97
Методические указания по измерению концентрации волокон асбес-
та в атмосферном воздухе населенных мест. МУК 4.1.66697 43:

#### **УТВЕРЖДАЮ**

Первый заместитель Председателя Госкомсанэпиднадзора России – заместитель Главного государственного санитарного врача Российской Федерации

С. В. Семенов 31 октября 1996 г. Дата введения – с момента утвержления

# Определение концентраций загрязняющих веществ в атмосферном воздухе

Сборник методических указаний МУК 4.1.591—96—4.1.645—96, 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 4.1.591—96 Дата введения — с момента утверждения

#### 4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

### Методические указания по газохроматографическому определению адамантана в атмосферном воздухе

Настоящие методические указания устанавливают газохроматографическую методику количественного химического анализа атмосферного воздуха для определения в нем содержания адамантана в диапазоне концентраций 0,0066—0,22 мг/м<sup>3</sup>.

C10H16

Мол. масса 136,24

Адамантан (трицикло[3, 3, 1, 1<sup>3,7</sup>]декан) кристаллический порошок светло-кремового цвета со слабым камфарным запахом. Температура плавления – 269 °C. Растворим в гексане, диметилформамиде, изопропиловом спирте, четыреххлористом углероде; практически нерастворим в воде. Возгоняется. Агрегатное состояние в воздухе – пары и аэрозоль.

Адамантан обладает общетоксическим действием. Ориентировочный безопасный уровень воздействия (ОБУВ) – 0.0075 мг/м<sup>3</sup>.

#### 1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей  $\pm 17$  %, 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 адамантана выполняют методом газожидкостной хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием. Концентрирование адамантана из воздуха осуществляют на фильтр АФА-ВП-20 и 15 % ПФМС-4 на силикагеле С-4. Десорбцию с фильтра и хроматографической насадки проводят четыреххлористым углеродом.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы - 0.004 мкг.

Определению не мешает четыреххлористый углерод, брома-памантан.

## 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	
Аспирационное устройство, модель 822	ТУ 64-1-862-77
Барометр-анероид М-67	TY 2504-1797-75
Весы аналитические ВЛА-200	<b>FOCT 24104-80E</b>
Линейка масштабная	<b>ΓΟCT 222-19-76</b>
Лупа измерительная	ГОСТ 9309-75
Меры массы, 1 кл.	ГОСТ 7328-73
Микрошприц МШ-10	ТУ 2.833-106
Посуда стеклянная лабораторная	ΓΟCT 1770-74E, 20292-80E, 8313-75
Секундомер 2 кл. точности	ΓΟCT 5072-72
Термометр лабораторный шкальный	<b>ΓΟCT 215-73E</b>

#### 32. Вспомогательные устройства

Вакуумный компрессор марки ВН-461М	ТУ 26-06-459-69
Дистиллятор	ТУ 61-1-721-79
Испаритель ротационный ИР-1М	ТУ 25-11-917-76
Редуктор водородный	ТУ 26-05-463-76
Редуктор кислородный	ТУ 26-05-235-70

#### МУК 4.1.591-96

Сорбционные стеклянные трубки длиной 8 см и внутренним диаметром 6 мм Фильтродержатели, изготовитель ВО «Изотоп»

Хроматографическая колонка из стекла или стали длиной 1 м и внутренним диаметром 2,5—4,0 мм

#### 3.3. Материалы

Водород сжатый ГОСТ 3922-80 Воздух сжатый ГОСТ 11882-73 ГОСТ 11882-73 ГОСТ 11882-73 Телий сжатый марки В ТУ 51-940-80 Стекловата Стеклянные заглушки Фильтр АФА-ВП-20, изготовитель ВО «Изотоп»

#### 3.4. Реактивы

Адамантан, х. ч. TY 6-02-7-39-78 Ацетон, х. ч. ГОСТ 2603-79 Дистиллированная вода ГОСТ 6709-77 Полиметилфенилсилоксан (ПФМС-4) 15 % на силикагеле С-4 (насадка для сорбционных трубок) Силикон OV-17 3 % на хроматоне N-AW-DMCS зернением 0,10—0,125 мм (насадка для хроматографической колонки) Хлороформ, х. ч. ГОСТ 20015-74 Четыреххлористый углерод ТУ 6-09-2663-77

#### 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.

#### б. 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) °C, 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 адамантана для градуцювки ( $c=200~\text{мкг/см}^3$ ). 0,020 г адамантана вносят в колбу вмес-тимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят до метки четыреххлористым углеродом и перемешивают. Срок хранения в склянке с притертой пробкой – 3 дня.

#### 72. Подготовка хроматографической колонки и сорбционной трубки

Хроматографическую колонку и сорбционную трубку перед заполнением насадками промывают дистиллированной водой, ацетоном, хлороформом и высушивают в токе инертного газа. Заполнение хроматографической колонки насадкой проводят под вакуумом. Концы колонки закрывают стекловатой и, не подключая к детектору, кондиционируют в токе газа-носителя с расходом 60 см³/мин при температуре 200 °С в течение 7 ч. После охлаждения колонку подключают к детектору, записывают нулевую линию в рабочем режиме. При отсутствии дрейфанулевой линии колонка готова к работе. Сорбционную трубку заполняют 1,4—1,5 г сорбента, фиксируют концы стекловатой и закрывают заглушками. Трубку хранят в закрытой емкости не более 2-х недель.

#### 7.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают методом абсолютной градуировки по 5-ти сериям растворов для градуировки. Каждую серию, состоящую из 6-ти градуировочных растворов, готовят в пробирках с притертыми пробками вместимостью 10 см<sup>3</sup>. В пробирки вносят 0,05—0,1—0,2—0,4—0,8—1,6 см<sup>3</sup> исходного раствора адамантана, что соответствует его концентрации 1—2—4—8—16—32 мкг/см<sup>3</sup>. Объем каждого градуировочного раствора доводят до метки четыреххлористым углеродом и тщательно перемешивают. 5 см<sup>3</sup> каждого градуировочного раствора наносят на фильтры и помещают в колбы, добавляют 1,4—1,5 г сорбента для сорбционных трубок. 15—20 мин растворы взбалтывают, отжимают фильтр и фильтруют. Фильтраты испаряют на ротационном испарителе до 1 см<sup>3</sup>.

В испаритель прибора вводят по 4 мм<sup>3</sup> каждого раствора, что соответствует массе адамантана 0,004—0,008—0,016—0,032—0,064—0,128 мкг и анализируют в следующих условиях:

температура термостата колонок
температура детектора
температура испарителя
детектора
температура испарителя
детектора
температура испарителя
детектора
дет

На хроматограмме рассчитывают площади пиков адамантана и по средним значениям из 5-ти измерений устанавливают градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика (мм²) от массы (мкг) адамантана. 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 5 дм<sup>3</sup>/мин аспирируют через фильтр АФА-ВП-20, последовательно соединенный с сорбционной трубкой, в течение 30-и мин. После окончания отбора фильтр складывают рабочей стороной внутрь, сорбционные трубки с

концов фиксируют заглушками. Срок хранения проб - не более 2-х дней.

#### 8. Выполнение измерений

Фильтр с пробой и сорбент из сорбционной трубки помещают в колбу, добавляют  $5~{\rm cm}^3$  четырежхлористого углерода, взбалтывают  $15-20~{\rm muh}$  и далее обрабатывают согласно п. 7.3.

На хроматограмме рассчитывают площадь пика адамантана и по градуировочной карактеристике определяют его массу в пробе.

#### 9. Вычисление результатов измерений

Концентрацию адамантана в атмосферном воздухе  $(M\Gamma/M^3)$  вычисляют по формуле:

$$C = \frac{m \cdot V_1}{V_2} \cdot V_0$$
,  $\partial e$ 

т – масса адамантана в пробе, найденная по градуировочной характеристике, мкг;

 $V_1$  - общий объем пробы, мм<sup>3</sup>;

V2 - объем пробы, взятой на анализ, мм<sup>3</sup>;

 $V_0$  – объем отобранного воздуха, приведенный к нормальным условиям, дм<sup>3</sup>;

$$V_0 = \frac{V_t \cdot 273 \cdot P}{(273 + t) \cdot 760}, z \partial e$$

 $V_t$  - объем воздуха, отобранный для анализа, дм<sup>3</sup>;

Р - атмосферное давление в месте отбора пробы, мм рт. ст.;

t - температура воздуха в месте отбора пробы, °С.

Методические указания разработаны Н. И. Юрченко, В. К. Ермаковой, Н. Н. Каргиной (ВНЦ БАВ, г. Старая Купавна).

# 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 60х88/16.

Тираж 5000 экз.

Печ. л. 28,5 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