

**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*

#### **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: Мальшева А. Г. (руководитель), Зиновьева Н. П., Суворова Ю. Б., Растяйников 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 адмантана 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 аминифенилуксусной кислоты в атмосферном воздухе потенциометрическим титрованием. МУК 4.1.593—96 . . . . .	22
Методические указания по высокоэффективному жидкостному хроматографическому определению D(-)- $\alpha$ -аминифенилуксусной 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 серноокислого и аммония надсерноокислого в атмосферном воздухе по иону аммония. МУК 4.1.596—96 . . . . .	41
Методические указания по газохроматографическому определению анилина, N-метиланилина, N,N-диметиланилина, O-толуидина, N-этиланилина, N,N-диэтиланилина, N-этил-O-толуидина, N,N-диэтил-M-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 бензола 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

МУК 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 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 метилала 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 метилголуилата в атмосферном воздухе. МУК 4.1.626—96 . . . . .	282
Методические указания по газохроматографическому определению метилформиата в атмосферном воздухе. МУК 4.1.627—96 . . . . .	290

МУК 4.1.591—4.1.645—96, 4.1.662—97, 4.1.666—97

Методические указания по фотоколориметрическому определению 2-нафта в атмосферном воздухе. МУК 4.1.628—96 . . . . .	297
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 . . . . .	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 – за-  
меститель Главного государственного  
санитарного врача Российской  
Федерации

С. В. Семенов

31 октября 1996 г.

Дата введения – с момента утвер-  
ждения

## **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 ПДК<sub>м.р.</sub> и суммарной погрешностью, не превышающей 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 – за-  
местителем Главного государствен-  
ного санитарного врача Российской  
Федерации

31 октября 1996 г.

МУК 4.1.605—96

Дата введения – с момента утвер-  
ждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Методические указания по фотометрическому  
определению п-бензохинона  
в атмосферном воздухе**

Настоящие методические указания устанавливают методику фотометрического количественного химического анализа атмосферного воздуха для определения в нем содержания п-бензохинона в диапазоне концентраций 0,004—0,16 мг/м<sup>3</sup>.

C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>O<sub>2</sub>

Мол. масса 108,1

п-Бензохинон – желтое кристаллическое вещество, температура плавления – 115,7 °С. Легко возгоняется, летуч с паром. Растворим в горячей воде, спиртах, диэтиловом эфире, ацетоне, хлороформе. В воздухе находится в виде паров и аэрозоля.

Обладает раздражающим действием. ПДК для атмосферного воздуха населенных мест отсутствует.

**1. Погрешность измерений**

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей ±17,4 %, 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 п-бензохинона выполняют методом фотометрического анализа. Концентрирование п-бензохинона из воздуха осуществляют на стеклянные гранулы, обработанные раствором гидроксида натрия. Десорбцию вещества проводят дистиллированной водой.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы – 1 мкг.

Определению не мешают: гидрохинон, хлорорганические соединения, нитросоединения, производные анилина, фенола.

## 3. Средства измерения, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

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

### 3.1. Средства измерений

Фотоэлектроколориметр	
Барометр-анероид М-67	ТУ 2504-1797-75
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104-80Е
Меры массы	ГОСТ 7328-82Е
Посуда стеклянная лабораторная	ГОСТ 1770-74Е, 20292-74Е
Секундомер СДС пр-1-2-000	ГОСТ 5072-79
Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2; пределы 0—55 °С, цена деления 1 °С	ГОСТ 215-73Е
Электроаспиратор, модель 822	ТУ 64-1-862-77

### 3.2 Вспомогательные устройства

Груша резиновая	
Дистиллятор	ТУ 61-1-721-79
Сорбционные трубки тип ст-112	

### 3.3. Материалы

Бумага фильтровальная	
Воздух сжатый	ГОСТ 11882-73
Стеклянные заглушки	

### 3.4. Реактивы

п-Бензохинон, ч.	ТУ 6-09-156-75
------------------	----------------

Дистиллированная вода  
Натрия гидроксид, ч. д. а.

ГОСТ 6709-77  
ГОСТ 4328-77

#### 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 старшего лаборанта.

#### 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 ( $20 \pm 10$ ) °С, атмосферном давлении 630—800 мм рт. ст. и влажности воздуха не более 80 %;
- выполнение измерений на фотозлектроколориметре проводят в условиях рекомендованных технической документацией к прибору.

#### 7. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: приготовление растворов, подготовка сорбционных трубок, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

##### 7.1. Приготовление растворов

*Гидроксид натрия, 1 н раствор.* 40 г гидроксида натрия вносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Раствор устойчив в течение длительного времени.

*Гидроксид натрия, 0,1 н раствор.* 50 см<sup>3</sup> 1 н раствора гидроксида натрия вносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Раствор устойчив в течение длительного времени.

*Исходный раствор бензохинона для градуировки ( $c = 1$  мг/см<sup>3</sup>).* 50 мг бензохинона вносят в мерную колбу вместимостью

50 см<sup>3</sup>, доводят до метки 1 н раствором гидроксида натрия и тщательно перемешивают. Раствор устойчив в течение длительного времени.

*Рабочий раствор бензохинона для градуировки* ( $c = 0,05 \text{ мг/см}^3$ ). 5 см<sup>3</sup> исходного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Раствор устойчив в течение длительного времени.

## 7.2. Подготовка сорбционных трубок

Сорбционную трубку погружают в 1 н водный раствор гидроксида натрия до полного смачивания стеклянных гранул. Избыток раствора осторожно выдувают сначала с помощью груши, затем сильной струей сжатого воздуха. Трубку снаружи обтирают фильтровальной бумагой.

## 7.3 Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают на градуировочных растворах бензохинона. Она выражает зависимость величины оптической плотности растворов от массы бензохинона (мкг) и строится по 5-ти сериям растворов для градуировки. Каждую серию, состоящую из 5-ти растворов, готовят в мерных колбах вместимостью 25 см<sup>3</sup>. Для этого в каждую колбу вносят рабочий раствор для градуировки в соответствии с табл. 1, доводят объем до метки 0,1 н раствором гидроксида натрия и тщательно перемешивают.

Таблица 1

Номер раствора для градуировки	1	2	3	4	5
Объем рабочего раствора ( $c = 0,05 \text{ мг/см}^3$ ), см <sup>3</sup>	0,1	0,4	0,5	2,0	4,0
Масса бензохинона в 5 см <sup>3</sup> , мкг	1,0	4,0	5,0	20,0	40,0

Одновременно готовят и нулевую пробу, обрабатывая неэкспонированную сорбционную трубку согласно п. 8. Для построения градуировочной характеристики 5 см<sup>3</sup> каждого градуировочного раствора помещают в кювету с расстоянием между рабочими гранями 1 см и измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 480 нм относительно нулевой пробы. По средним результатам из 5-ти измерений

строят градуировочную характеристику, которую проверяют 1 раз в квартал или при смене партии реактивов.

#### 7.4. Отбор проб

Отбор проб воздуха проводят согласно ГОСТу 17.2.3.01-86. Воздух со скоростью 10 дм<sup>3</sup>/мин аспирируют в течение 25 мин через сорбционную трубку. После отбора концы трубки закрывают заглушками. Срок хранения проб - 24 часа.

### 8. Выполнение измерений

Сорбционную трубку освобождают от заглушек, помещают в пробирку вместимостью 10 см<sup>3</sup>, и заливают 5 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. С помощью груши 10—15 раз прокачивают воду через сорбционную трубку, переводят пробу в раствор. Остатки раствора выдувают и вынимают трубку из пробирки. Содержимое пробирки переливают в кювету с толщиной слоя 1 см и через 10 мин фотометрируют при длине волны 480 нм относительно нулевой пробы. Массу бензохинона в пробе находят по градуировочной характеристике.

### 9. Вычисление результатов измерений

Концентрацию п-бензохинона в атмосферном воздухе (мг/м<sup>3</sup>) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{m}{V_0}, \text{ где}$$

$m$  - масса п-бензохинона в пробе, найденная по градуировочной характеристике, мкг;

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

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

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

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

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

*Методические указания разработаны: И. И. Пиленковой и Р. Г. Юрковой (ВНИИ гербицидов и регуляторов роста растений, г. Уфа).*

**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.

Формат 60x88/16.

Подписано в печать 17.09.97

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