

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(-)- 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 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 метилалля 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-нафталя 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 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 – 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_{м.р.} 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».

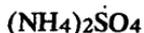
УТВЕРЖДЕНО

Первым заместителем Председателя
Госкомсанэпиднадзора России – за-
местителем Главного государствен-
ного санитарного врача Российской
Федерации
31 октября 1996 г.
МУК 4.1.596—96
Дата введения – с момента утвер-
ждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методические указания по фотометрическому определению солей аммония серноокислого и аммония надсерноокислого в атмосферном воздухе по иону аммония

Настоящие методические указания устанавливают фото-
метрическую методику количественного химического анализа
атмосферного воздуха для определения в нем содержания солей
аммония серноокислого и аммония надсерноокислого в диапазоне
концентраций 0,03—0,70 мг/м³ для аммония серноокислого и
0,01—0,10 мг/м³ для аммония надсерноокислого.



Мол. масса 132,15

Аммоний серноокислый (сульфат аммония) – белое
кристаллическое вещество, плотность – 1,769 г/см³, хорошо
растворим в воде. В воздухе находится в виде аэрозоля.

Аммоний серноокислый относится к малотоксичным веществам,
вызывает кожно-раздражающее и кожно-резорбтивное
действие. ПДКм.р. аммония серноокислого в атмосферном
воздухе населенных мест – 0,2 мг/м³.

Издание официальное

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

Аммоний надсернистый (персульфат аммония) – белое или слегка зеленоватое кристаллическое вещество, плотность – 1,982 г/см³, хорошо растворяется в воде, под действием влаги постепенно разлагается. В воздухе находится в виде аэрозоля.

Аммоний надсернистый относится к умеренно токсичным веществам, вызывает кожно-раздражающее и кожно-резорбтивное действие. ПДКм.р. аммония надсернистого в атмосферном воздухе населенных мест – 0,06 мг/м³.

1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей $\pm 16\%$, при доверительной вероятности 0,95.

2. Метод измерений

Измерение концентраций аммония сернистого и аммония надсернистого выполняют фотометрированием окрашенного комплекса иона аммония, образованного при взаимодействии с реактивом Несслера. Концентрирование аммония сернистого и аммония надсернистого из воздуха осуществляют на фильтры. Десорбцию веществ с фильтра проводят дистиллированной водой.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы – 1,0 мкг.

Определению не мешают: железо, цинк, никель, лантан, иттрий, свинец, магний, кальций, барий, титан, цирконий, калий, натрий, алюминий, сульфаты, хлориды, нитраты. Определению мешают: аммониевые соли, сероводород, альдегиды. При совместном присутствии солей аммония сернистого и надсернистого определяется их суммарное содержание.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

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

3.1. Средства измерений

Фотоэлектроколориметр КФК-2 или любой другой

ГОСТ 15150-78

Барометр	ГОСТ 11582-79
Весы аналитические 2-го класса точности	ГОСТ 24104-80
Меры массы	ГОСТ 7328-82Е
Посуда стеклянная лабораторная	ГОСТ 1770-74Е и 20292-74Е
Секундомер	ГОСТ 507-79
Термометр лабораторный, цена деления 1 °С	ГОСТ 215-73
Электроаспиратор модель 822	ТУ 64-1-862-77

3.2. Вспомогательные устройства

Воронка В-36-8-ХУ-1	ГОСТ 25336-82
Дистиллятор	ТУ 61-1-721-79
Сушильный шкаф	ГОСТ 13474-79
Фильтродержатель плексигласовый или металлический	

3.3. Материалы

Фильтры аэрозольные типа АФА или обеззоленные «Синяя лента»	ТУ 6-09-1678-77
---	-----------------

3.4. Реактивы

Аммоний хлористый, х. ч.	ГОСТ 3778-77
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72
Калий-натрий виннокислый, о. с. ч.	ТУ 6-09-2677-73
Реактив Несслера, ч. д. а.	МРТУ 6-09-2089-77

4. Требования безопасности

4.1. При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими и легко воспламеняющимися веществами по ГОСТу 12.1005-88.

4.2. При выполнении измерений с использованием фотокolorиметра 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 лаборанта-химика.

6. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят в нормальных условиях согласно ГОСТу 15150-69 при температуре воздуха (20 ± 10) °С, атмосферном давлении 630—800 мм рт. ст. и влажности воздуха не более 80 %;
- выполнение измерений на фотоколориметре проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Подготовка к выполнению измерений

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

7.1. Приготовление растворов

Исходный раствор аммония хлористого для градуировки ($c = 0,1$ мг/см³).

0,2965 г аммония хлористого, предварительно высушенного до постоянной массы при 100—105 °С, растворяют в дистиллированной воде. Раствор переносят в колбу вместимостью 1 дм³ и доводят объем раствора водой до метки.

Рабочий раствор аммония хлористого для градуировки ($c = 1,0$ мкг/см³).

5 см³ исходного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор используют свежеприготовленный.

Калий-натрий виннокислый 20 % раствор.

20 г калий-натрий виннокислого растворяют в 80 см³ дистиллированной воды, тщательно перемешивают.

7.2. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость оптической плотности от массы аммония, устанавливают по 5-ти сериям растворов для градуировки. Каждая серия состоит из 8-и растворов. Растворы готовят в колбах вместимостью 25 см³ в соответствии с табл. 1.

Таблица 1

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентрации аммония в пересчете на аммоний серноокислый и аммоний надсерноокислый

Номер раствора для градуировки	1	2	3	4	5	6	7	8
Объем рабочего раствора (с = 1,0 мкг/см ³), см ³	0	1	2	3	4	6	8	10
Объем дистиллированной воды, см ³	20	19	18	17	16	14	12	10
Содержание аммония, мкг	0	1	2	3	4	6	8	10

Во все колбы прибавляют 1,0 см³ 20 % раствора калий-натрий виннокислого, 0,5 см³ реактива Несслера и доводят объем до метки дистиллированной водой. Растворы в колбах перемешивают и через 5 мин измеряют оптическую плотность в кюветках с расстоянием между рабочими гранями 30 мм при длине волны 390—440 нм относительно воды.

Градуировочную характеристику устанавливают на средних значениях оптической плотности, вычисленных из результатов измерений 5-ти серий растворов для градуировки. Проверку градуировочной характеристики проводят 1 раз в квартал и при смене партии реактивов.

7.3. Отбор проб

Отбор проб воздуха проводят согласно ГОСТу 17.2.3.01-86. Воздух со скоростью 20 дм³/мин аспирируют через фильтр в течение 10—20 мин. Срок хранения отобранных на фильтр проб, в герметичной упаковке, для определения аммония серноокислого — 7 суток, аммония надсерноокислого — сутки.

8. Выполнение измерений

Фильтр с отобранной пробой помещают в воронку и устанавливают в мерную колбу вместимостью 25 см³. Фильтр обрабатывают дистиллированной водой по 3 см³ 5—6 раз (десорбция 95 %). К фильтрату приливают 1,0 см³ 20 % раствора калий-натрий виннокислого, 0,5 см³ реактива Несслера и доводят до метки дистиллированной водой. Далее проводят анализ в условиях указанных в п. 7.2.

Массу аммония (мкг) в пробе находят с помощью градуировочной характеристики.

9. Вычисление результатов измерений

Концентрацию аммония серноокислого и аммония надсерноокислого ($\text{мг}/\text{м}^3$) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{m \cdot K}{V_0}, \text{ где}$$

m – масса аммония, найденная по градуировочной характеристике, мкг;

K – коэффициент пересчета аммония на соответствующие соли:

$$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \quad K = 3,66$$

$$(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8 \quad K = 6,32$$

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

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

P – атмосферное давление при отборе пробы воздуха, мм рт. ст;

t – температура воздуха в местах отбора проб, $^{\circ}\text{C}$;

V_t – объем пробы воздуха, дм^3 .

Методические указания разработаны Е. М. Ройзенблат, К. П. Ива-новой, Э. И. Деховия (ВНИИ Реактивэлектрон, г. Донецк).

**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