

**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**

**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 адамонтана 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 аминоксислотной кис- лоты в атмосферном воздухе потенциометрическим титрованием. МУК 4.1.593—96 . . . . .	22
Методические указания по высокоэффективному жидкостному хрома- тографическому определению D(-)- $\alpha$ -аминоксислотной кислоты. МУК 4.1.594—96 . . . . .	29
Методические указания по определению 2-аминоэтилсерной кисло- ты в атмосферном воздухе методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.595—96 . . . . .	35
Методические указания по фотометрическому определению солей аммо- ния 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, O-толуидина, N-этил- анилина, 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 аро- матических, 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/бензотриазол) в атмос- ферном 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-бен- зохинона в атмосферном воздухе. МУК 4.1.605—96 . . . . .	112
Методические указания по газохроматографическому определению 1-бром- нафталина 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 метилголулата 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-нафтола 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 4.1.594—96

Дата введения – с момента утвер-  
ждения

## 4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Методические указания по  
хроматографическому (ВЭЖХ) определению  
D(-)- $\alpha$ -аминофенилуксусной кислоты в  
атмосферном воздухе**

Настоящие методические указания устанавливают высоко-  
эффективную жидкостную хроматографическую методику  
количественного химического анализа атмосферного воздуха  
для определения в нем содержания аминофенилуксусной  
кислоты в диапазоне концентраций 0,05—0,6 мг/м<sup>3</sup>.

C<sub>8</sub>H<sub>9</sub>O<sub>2</sub>N

Мол. масса 151;17

D(-)- $\alpha$ -аминофенилуксусная кислота – кристаллическое ве-  
щество белого цвета. Трудно растворима в воде, метиловом и  
этиловом спиртах. Нерастворима в эфире, хлороформе. Хорошо  
растворяется в водных растворах кислот и щелочей. Температура  
плавления – 290 °С (с разложением). В воздухе находится в  
виде аэрозоля.

Обладает общетоксическим действием. ОБУВ в воздухе –  
0,05 мг/м<sup>3</sup>.

Издание официальное

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

## 1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей  $\pm 20\%$ , при доверительной вероятности 0,95.

## 2. Метод измерений

Измерение концентрации D(-)- $\alpha$ -аминофенилуксусной кислоты выполняют методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с ультрафиолетовым детектированием. Концентрирование вещества из воздуха осуществляют на фильтр. Десорбцию проводят элюентом.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы 0,25 мкг.

Определению не мешает присутствие L-фенилаланина.

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

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

### 3.1. Средства измерений

Микроколоночный хроматограф жидкостный «Милихром» (или другой модели) с УФ-детектором

Барометр-анероид М-67

Весы аналитические ВЛА-200

Линейка измерительная

Лупа измерительная

Меры массы

Посуда стеклянная лабораторная

Пробирки с пришлифованными пробками вместимостью 10 см<sup>3</sup>

Секундомер СДС пр-1-2-000

Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2; пределы 0—55 °С, цена деления 1 °С

Электроаспиратор ЭА-1, погрешность  $\pm 10\%$ , Госреестр № 997-77

ТУ 2504-1797-75

ГОСТ 24104-80Е

ГОСТ 17435-72

ГОСТ 8309-75

ГОСТ 7328-82Е

ГОСТ 1770-74Е и 20292-74Е

ГОСТ 5072-79

ГОСТ 5072-79

ГОСТ 215-73Е

ТУ 25-11-1414-78

### 3.2. Вспомогательные устройства

Хроматографическая колонка длиной 120 мм и внутренним диаметром 2 мм, заполненная

сорбентом «Силасорб Sph C18» с размером зерен 6,0 мкм (Чехия)

Дистиллятор

ТУ 61-1-721-79

Фильтродержатель, производство  
ВО «Изотоп»

### 3.3. Материалы

Фильтр АФА-ВП-20

ТУ 85-743-80

### 3.4. Реактивы

D(-)- $\alpha$ -аминофенилуксусная кислота, ч.

ТУ 6-09-4455-77

Дистиллированная вода

ГОСТ 6709-79

Калий фосфорнокислый однозамещенный

ТУ 4198-75

## 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 жидкостного 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 жидкостном хроматографе.

## 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 жидкостном хроматографе проводят в условиях, рекомендуемых 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

*Элюент: 0,015 М фосфатный буферный раствор (рН = 4,6).*

Готовят растворением 2,05 г калия фосфорного однозамещенного в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1,0 дм<sup>3</sup>.

*Исходный раствор аминофенилуксусной кислоты для градуировки ( $\rho = 0,5 \text{ мг/см}^3$ ).*

50 мг вещества вносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят до метки элюентом и тщательно перемешивают. Раствор устойчив в течение недели при хранении в холодильнике.

### 7.2 Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают на градуировочных растворах аминофенилуксусной кислоты. Она выражает зависимость площади пика на хроматограмме (мм<sup>2</sup>) от массы аминофенилуксусной кислоты (мкг) и строится по 5-ти сериям растворов для градуировки. Каждую серию, состоящую из 5-ти растворов, готовят в мерных колбах вместимостью 50 см<sup>3</sup>. Для этого в каждую колбу вносят исходный раствор для градуировки в соответствии с табл. 1, доводят объем элюентом до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 1

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентрации D(-)- $\alpha$ -аминофенилуксусной кислоты

Номер раствора для градуировки	1	2	3	4	5
Объем исходного раствора ( $c = 0,5 \text{ мг/см}^3$ ), см <sup>3</sup>	0,5	1,0	2,0	4,0	6,0
Содержание аминофенилуксусной кислоты в 50 мм <sup>3</sup> , мкг	0,25	0,5	1,0	2,0	3,0

В колонку хроматографа последовательно инжeksiруют по 50 мм<sup>3</sup> каждого градуировочного раствора и анализируют в следующих условиях:

температура термостата колонки	+20 °C
скорость подачи элюента	200 мм <sup>3</sup> /мин
длина волны УФ-детектора	202 нм
диапазон чувствительности детектора	0,8
скорость движения диаграммной ленты	6 мм/мин
время удерживания D(-)-α-аминофенилуксусной кислоты	2 мин 30 сек
элюирующий объем	500 мм <sup>3</sup>

На полученной хроматограмме рассчитывают площади пиков аминоксислот и по средним результатам из 5-ти измерений строят градуировочную характеристику. 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 15 дм<sup>3</sup>/мин аспирируют через фильтр АФА-ВП-10, закрепленный в фильтродержателе. Продолжительность отбора 20 минут. Срок хранения проб – 5 суток.

## 8. Выполнение измерений

Фильтр с отобранной пробой помещают в пробирку с пришлифованной пробкой, добавляют 3 см<sup>3</sup> элюента и оставляют на 15 минут при комнатной температуре и периодическом перемешивании. Степень десорбции с фильтра 97 %.

Хроматографирование полученного раствора проводят в тех же условиях, что и при построении градуировочной характеристики по п. 7.2. Количественное определение содержания D(-)-α-аминофенилуксусной кислоты в хроматографируемом объеме проводят по градуировочной характеристике.

## 9. Вычисление результатов измерений

Концентрацию D(-)-α-аминофенилуксусной кислоты в атмосферном воздухе (мг/м<sup>3</sup>) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{m \cdot V_1}{V_2 \cdot V_0}, \text{ где}$$

$m$  – масса D(-)- $\alpha$ -аминофенилуксусной кислоты в пробе, найденная по градуировочной характеристике, мкг;

$V_1$  – общий объем пробы, см<sup>3</sup>;

$V_2$  – хроматографируемый объем пробы, см<sup>3</sup>;

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

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

$V_t$  – 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, °C.

*Методические указания разработаны Бернштейном Л. А., Пичужкиной Е. И. (НИО «Экотокс» г. Москва).*

**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