

МУК 4.1.624-96

Гигиеническая система санитарно-эпидемиологического  
надзора и контроля 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

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

УТВЕРЖДАЮ

Первый заместитель Председателя  
Госкомсанэпиднадзора России — за-  
меститель Главного государствен-  
ного 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 за-  
грязняющих веществ в атмосферном воздухе предназначены  
для использования в системе госсанэпиднадзора России, при  
проведении аналитического контроля ведомственными лабора-  
ториями предприятий, а также научно-исследовательских  
институтов, работающих в области гигиены окружающей среды.  
Методические указания разработаны с целью обеспечения  
контроля соответствия уровня содержания загрязняющих ве-  
ществ их гигиеническим нормам — предельно допустимым  
концентрациям (ПДК) и ориентировочно безопасным уровням

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

воздействия (ОБУВ) — и являются обязательными при осуще-  
ствлении 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. Атмос-  
фера. Общие требования к методам определения загрязняющих  
веществ», 17.0.02—79 «Охрана природы. Метрологическое обес-  
печие 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 превышающей  
25 %, с отбором пробы воздуха в течение 20—30 мин при  
определении максимальной разовой концентрации или кругло-  
суточном отборе пробы при определении среднесуточной кон-  
центрации.

В сборнике представлены методики контроля атмосферного  
воздуха за содержанием нормируемых соединений. Методики  
основаны на использовании физико-химических методов  
анализа — фотометрии, потенциометрии, тонкослойной хрома-  
тографии с различного вида детектированием, ионной хро-  
матографии, газожидкостной, высокoeffективной 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 веще-  
ства относятся к различным классам соединений: неор-  
ганическим веществам, ароматическим углеводородам, спиртам,  
органическим кислотам, эфирам, альдегидам, азотсодержащим  
углеводородам, фенолам, меркаптанам.

Методические указания одобрены и рекомендованы  
Комиссией по санитарно-гигиеническому нормированию «Ла-  
бораторно-инструментальное дело и метрологическое обеспе-  
чение» Госкомсанэпиднадзора России и бюро секции по  
физико-химическим методам исследования объектов окружаю-  
щей среды Проблемной комиссии «Научные основы экологии  
человека и гигиены окружающей среды».

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

УТВЕРЖДЕНО

Первым заместителем Председателя Госкомсанэпиднадзора России – заместителем Главного государственного санитарного врача Российской Федерации

31 октября 1996 г.

МУК 4.1.624—96

Дата введения – с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Методические указания по  
газохроматографическому определению  
метилового и этилового спиртов в  
атмосферном воздухе**

Настоящие методические указания устанавливают газохроматографическую методику количественного химического анализа атмосферного воздуха для определения в нем содержания метилового и этилового спиртов в диапазоне концентраций 0,05–5,0 мг/м<sup>3</sup>.

CH<sub>4</sub>O Мол. масса 32,04

Метиловый спирт (метанол) – прозрачная жидкость с характерным запахом, плотность – 0,791 г/см<sup>3</sup>, температура кипения – 64,7 °С, упругость пара – 95,7 мм рт. ст. (20 °С), растворяется в воде, эфире. В воздухе находится в виде паров. Метиловый спирт является сильным ядом. ПДКмр. для атмосферного воздуха населенных мест – 1,0 мг/м<sup>3</sup>, ПДКс.с. – 0,5 мг/м<sup>3</sup>.

C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>O Мол. масса 46,07

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

## МУК 4.1.624—96

Этиловый спирт (этанол) – прозрачная жидкость с характерным запахом, плотность 0,789 г/см<sup>3</sup>, температура кипения – 78,3 °С, упругость пара – 44 мм рт. ст. (20 °С), растворяется в воде, эфире. В воздухе находится в виде паров.

Этиловый спирт обладает наркотическим действием, ПДК для атмосферного воздуха населенных мест – 5,0 мг/м<sup>3</sup>.

### 1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей  $\pm 1,5\%$ , при доверительной вероятности – 0,95.

### 2. Метод измерений

Измерение концентрации метилового и этилового спиртов выполняют методом газоадсорбционной хроматографии с использованием шаменно-ионизационного детектора.

Концентрирование спиртов из воздуха осуществляют в дистилированную воду.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы – 0,2 мг/дм<sup>3</sup>.

Определению не мешают: другие спирты, кислоты, карбонилсодержащие соединения, эфиры, фенолы, фурановые соединения.

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

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

#### 3.1. Средства измерений

Хроматограф ЛХМ-8МД, модель 5 или любой другой с шаменно-ионизационным детектором  
Барометр-анероид М-67  
Весы аналитические ВЛА-200  
Колбы мерные 4-100-2  
Линейка измерительная  
Лупа измерительная  
Меры массы  
Микрошприц МШ-10  
Пипетки 7-1-1, 7-1-10, 7-1-5

МУК 4.1.624—96

ГОСТ 5072-79

ГОСТ 215-73Е

ГОСТ 1770-74

ГОСТ 64-1-862-72

Секундомер 2-го кл. точности

Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2,

цена деления 1 °С

Цилиндр 4-50

Электроаспиратор модель 822

#### 3.2. Вспомогательные устройства

Хроматографическая колонка из стекла длиной 3 м и внутренним диаметром 3 мм

Вакуумный компрессор марки ВН-461М

Дистиллятор

Поглощательные приборы «Шмель» ПВ-20, разработанные ВНИИ биологического приборостроения (рис. 1)

Редуктор водородный

Редуктор кислородный

#### 3.3. Материалы

Азот сжатый

Воздух сжатый

Водород сжатый

Стекловата

Стеклянные заглушки

#### 3.4. Реактивы

Ацетон, ч. д. а.

Вода дистиллированная

Полисорб-1, фракция 0,1–0,3 мм

Спирт изобутиловый, х. ч.

Спирт метиловый, х. ч.

Спирт этиловый, х. ч.

Хлороформ, х. ч.

#### 4. Требования безопасности

4.1. При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работы с токсичными, щелочными и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТу 12.1.005-88.

4.2. При выполнении измерений с использованием газового хроматографа соблюдают правила электробезопасности в соотв-

должны 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 130ВМ хроматографе.

#### 6. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят в нормальных условиях согласно ГОСТу 15.150-9 при температуре воздуха  $(20 \pm 10)^\circ\text{C}$ , атмосферном давлении 30—800 мм рт. ст. и влажности воздуха не более 80 %;
- выполнение измерений на газовом хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией прибору.

#### 7. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие рабочее приготовление растворов, подготовку хроматографической колонки, установление градиуровочной характеристики, отбор проб.

#### 7.1. Приготовление растворов

*Градиуровочные растворы № 1 метилового и этилового спирта* ( $c = 0,055 \text{ мг}/\text{см}^3$ ). В колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>, заполненную на 1/3 объема дистилированной водой, вносят 1,375 мг спирта, доводят до метки водой и тщательно перемешивают. Срок хранения в холодильнике в склянках с фиттерами пробками — 2 месяца.

*Градиуровочный раствор № 2 изобутилового спирта (внутренний стандарт)* ( $c = 0,105 \text{ мг}/\text{см}^3$ ). В колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>, заполненную на 1/3 объема дистилированной водой, вносят 2,63 мг изобутилового спирта, доводят до метки водой и тщательно перемешивают. Срок хранения в холодильнике — 2 месяца.

*Поглотительный раствор.* Свежеперенянная вода.

#### 7.2. Подготовка хроматографической колонки

Хроматографическую колонку перед заполнением насадками трижды промывают горячей водой, дистилированной водой, ацетоном, хлороформом и высушивают в токе азота. Сухую колонку фиксируют тампоном из стекловаты с одного конца и заполняют насадкой под вакуумом, уплотняя легким поступлением. Концы колонки закрывают стекловатой и, не подключая к детектору, кондиционируют в токе газа-носителя (азота) с расходом 20—30 см<sup>3</sup>/мин при температуре 180 °С в течение 20—30 ч. После охлаждения колонку подключают к детектору, записывают нулевую линию в рабочем режиме. При отсутствии дрейфа нулевой линии колонка готова к работе.

#### 7.3. Установление градиуровочной характеристики

Градиуровочную характеристику устанавливают с использованием градиуровочных коэффициентов на градиуровочных растворах. К 1,0 см<sup>3</sup> градиуровочного раствора № 1 добавляют 1,0 см<sup>3</sup> градиуровочного раствора № 2. 1,0 мм<sup>3</sup> полученной смеси вводят в испаритель и анализируют в следующих условиях:

температура термостата колонок 100—120 °С  
температура испарителя 150 °С  
расход газа-носителя (азот)  
расход водорода

расход воздуха 25—30 см<sup>3</sup>/мин  
объем пробы 30 см<sup>3</sup>/мин  
относительные времена удерживания: 300 см<sup>3</sup>/мин  
метилового спирта 1 мм<sup>3</sup>

этилового спирта 0,16  
изобутилового спирта 0,27  
изобутилового спирта 1,00

На хроматограмме рассчитывают площади пиков метилового и изобутилового спиртов и по средним результатам из 3-х определений устанавливают градиуровочный коэффициент по формуле:

$$f_M = \frac{S_M \cdot t_{met}}{S_m \cdot t_m}, \text{ где}$$

$s_m$ ,  $s_{st}$  — масса метилового и изобутилового спиртов в градиуровочной смеси,  $\text{мг}/\text{см}^3$ ;  
 $S_m$ ,  $S_{st}$  — площади пиков метилового и изобутилового спиртов,  $\text{мм}^2$ .

Аналогичным образом рассчитывают градиуровотный коэффициент для этилового спирта.

#### 74. Отбор проб

Отбор проб воздуха проводят согласно ГОСТу 172.3.01-86. Воздух со скоростью 15–20  $\text{дм}^3/\text{мин}$  аспирируют через 2 последовательно соединенных поглотительных прибора, заполненных 10  $\text{см}^3$  дистилированной воды, в течение 20 мин. Срок хранения проб — 5 суток в холодильнике в склянках с притертymi пробками.

#### 8. Выполнение измерений

Пробы из двух последовательно соединенных поглотительных приборов анализируют отдельно. 1,0  $\text{см}^3$  пробы из каждого пробоотборника помещают в пробирку с притертый пробкой, добавляют 1,0  $\text{см}^3$  градиуровочного раствора № 2. На анализ в испаритель прибора вводят 1,0  $\text{мм}^3$  смеси из каждой щади пиков спиртов и полученных хроматограммах рассчитывают пло- этилового спирта ( $\text{мг}/\text{см}^3$ ) в пробе по формуле:

$$X_m = \frac{S_m \cdot m_{st}}{S_{st} \cdot f_m}, \text{ где}$$

$S_m$ ,  $S_{st}$  — площади пиков метилового или этилового и изобутилового спиртов,  $\text{мм}^2$ ;  
 $m_{st}$  — масса изобутилового спирта в 1,0  $\text{см}^3$  стандартного раствора,  $\text{мг}/\text{см}^3$ ;  
 $f_m$  — градиуровочный коэффициент для метилового или этилового спирта.

За результат измерения принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений для первого и второго пробоотборника соответственно.

#### 9. Вычисление результатов измерений

Концентрацию метанола или этанола в воздухе ( $\text{мг}/\text{м}^3$ ) рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{X_m \cdot V_1 + X_{st} \cdot V_2}{V_0}, \text{ где}$$

$X_m$ ,  $X_{st}$  — содержание метилового или этилового спирта в первом и втором поглотительном приборе, соответственно,  $\text{мг}/\text{см}^3$ ;  
 $V_1$ ,  $V_2$  — объём поглотительного раствора в первом и втором поглотительном приборе, соответственно,  $\text{см}^3$ ;  
 $V_0$  — объём воздуха, отобранный для анализа и приведенный к нормальным условиям,  $\text{м}^3$ ;

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

$P$  — атмосферное давление при отборе пробы воздуха,  $\text{мм рт. ст.}$ ;  
 $t$  — температура воздуха в местах отбора,  $^{\circ}\text{C}$ ;  
 $V_t$  — объём пробы воздуха,  $\text{м}^3$ .

Методические указания разработаны Е. Н. Коноваловой, В. Г. Костенко (НПО «Гидроизпром», ВНИИГидроЛИЗ, г. С.-Петербург).