

4.1.599-96

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

39 1

КОНТРОЛЬ И
ЭКСПЕРИМЕНТ
ФБУЗ
ФЦГиЭ Роспотребнадзора

ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора
Информационный ресурс

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 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

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

воздействия (ОБУВ) — и являются обязательными при осу-
ществлении 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-
печение 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
2,5 %, 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 разжидкой, детектированием, ионной хро-
матографии, газожидкой, 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 веще-
ства относятся к различным классам соединений: неор-
ганическим веществам, ароматическим углеводородам, спиртам,
углеводородам, фенолам, эфирам, альдегидам, азотсодержащим
соединениям, меркаптанам.

Методические указания одобрены и рекомендованы
Комиссией по санитарно-гигиеническому нормированию «Ла-
бораторно-инструментальное дело и метрологическое обес-
печение» Госкомсанэпиднадзора России и бюро секции по
физико-химическим методам исследования объектов окружаю-
щей 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 4.1.599—96

Дата введения — с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методические указания по газохроматографическому определению ацетальдегида в атмосферном воздухе

Настоящие методические указания устанавливают газохроматографическую методику количественного химического анализа атмосферного воздуха для определения в нем содержания ацетальдегида в диапазоне концентраций 0,008—0,1 мг/м³.

C₂H₄O

Мол. масса 44,05

Ацетальдегид — бесцветная жидкость с улучшающим запахом. Температура кипения — 20,16 °С, плотность — 0,7780 г/см³. Смешивается во всех отношениях с водой и большинством органических растворителей.

Ацетальдегид раздражает слизистые оболочки, вызывает пневмонию и отек легких. ПДК для атмосферного воздуха населенных мест — 0,01 мг/м³.

1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей ±23,4 %, при доверительной вероятности 0,95.

Издание официальное

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

72

2. Метод измерений

Измерение концентрации ацетальдегида выполняют методом газожидкостной хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием. Концентрирование ацетальдегида из воздуха осуществляют в поглотители Рыхтера, заполненные дистиллированной водой.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы — 2 мкг.

Определению не мешают: формальдегид, метилформиат, метилацетат, уксусная и муравьиная кислоты, диметилловый эфир.

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

Барометр-анероид М-67

Весы аналитические ВЛА-200

Линейка масштабная

Лула измерительная

Меры массы,

Микрошприц типа МШ-10М

Посула стеклянная лабораторная

Секундомер СДС пр-1-2-000

Термометр лабораторный шкальный

Цилиндр мерный вместимостью 50 см³

Шприц медицинский вместимостью 2

или 5 см³

ТУ 64-1-378-83

3.2. Вспомогательные устройства

Аспиратор М-822

Баня водяная

Вакуумный насос

Дистиллятор

ТУ 2504-1797-75

ГОСТ 24104-80 Е

ГОСТ 17435-72

ГОСТ 8309-75

ГОСТ 7328-82Е

ГОСТ 8043-75

ГОСТ 1770-74Е,

20292-74 Е

ГОСТ 5072-79

ГОСТ 215-73 Е

ГОСТ 1770-74

3.2. Вспомогательные устройства

Аспиратор М-822

Баня водяная

Вакуумный насос

Дистиллятор

ТУ 26-06-459-69

ТУ 61-1-721-79

Поллительный сосуд Рыхтера ЗР

Редуктор водородный

Редуктор кислородный

Стекланный флакон вместимостью 30 см³ с навинчивающейся пластмассовой крышкой с отверстием 3 мм и вставкой из самоуплотняющейся резины

Сушильный шкаф

Холодильник бытовой или любой другой

Хроматографическая колонка из стекла или нержавеющей стали длиной 3 м и внутренним диаметром 3 мм

3.3. Материалы

Азот сжатый

Водород сжатый

Воздух сжатый

Лед

Стекловата или стекловолокно

Стекланные заглушки

3.4. Реактивы

Ацетальдегид, ч. (свежеперегнанный, хранят в холодильнике)

Ацетон, х. ч.

Вода дистиллированная

Натрий сернистый безводный

1,2,3-трис(бетацетианэтоксипропан — неподвижная жидкая фаза

Хлороформ, х. ч.

Хромосорб-Р (0,20—0,25 мм) — твердый носитель (производство США)

Этиловый спирт техн.

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 соот-

ветствии 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.

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 $(20 \pm 10)^\circ\text{C}$, 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, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

7.1. Приготовление растворов

Исходный раствор ацетальдегида для градуировки ($c = 0,2 \text{ мг/см}^3$), 100 мг ацетальдегида вносят в колбу вместимостью 500 см³, объемом доводят до метки водой и тщательно перемешивают. Срок хранения — не более двух недель в холодильнике.

Градуировочные растворы с массовой ацетальдегида 20—40—80—160—320 и 400,0 мкг готовят соответствующим разбавлением 0,1—0,2—0,4—0,8—1,6 и 2,0 см³ исходного раствора ацетальдегида в стеклянных флаконах с навинчивающейся пробкой. Срок хранения — 1 день.

7.2. Подготовка хроматографической колонки

Насадка для хроматографической колонки состоит из 20 % 1,2,3-трис(бетацетианэтоксипропана, нанесенного на хромосорб-Р. Для этого в фарфоровой чашке взвешивают 3,0 г 1,2,3-трис(бетацетианэтоксипропана и растворяют в 75 см³ хлороформ-

ма. В полученный раствор вносят 15,0 г хромосорба-Р. Непрерывно помешивая содержимое чашки, выпаривают хлороформ на водяной бане до сыпучего состояния сорбента. Перед заполнением готовой насадкой хроматографическую колонку промывают органическими растворителями (ацетон, этиловый спирт) и высушивают. Заполнение хроматографической колонки насадкой проводят с помощью вакуумного насоса. Концы колонки закрывают стекловатой и, не подключая к детектору, кондиционируют при постепенном повышении температуры от 50 до 160 °С со скоростью 1 °С/мин. При 50 и 160 °С колонки выдерживают по 4 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 градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают методом абсолютной градуировки на градуировочных растворах. Она выражает зависимость высоты пика на хроматограмме (мм) от массы ацетальдегида (мкг) и строится по 5-ти сериям растворов для градуировки. Для этого в стеклянные флаконы с навинчивающейся пробкой помещают 5 градуировочных растворов по 20 см³ и добавляют в каждый по 5 г сульфата натрия. Слянки закрывают сначала пробкой из самоуплотняющейся резины, а затем навинчивающейся пластмассовой пробкой и термостатируют в водяной бане при 55±1 °С 45 мин. Нагретым шприцем отбирают по 5 см³ равновесной паровой фазы и вводят в испаритель хроматографа на анализ при следующих условиях:

температура термостата колонок	70 °С
температура испарителя	130 °С
расход газа-носителя (азота)	40 см ³ /мин
расход водорода	30 см ³ /мин
расход воздуха	300 см ³ /мин
скорость движения диаграммной ленты	20 мм/мин
время удерживания ацетальдегида	2 мин 5 сек

На полученной хроматограмме измеряют высоту пика ацетальдегида и по средним результатам из 5-ти серий строят градуировочную характеристику. Проверку градуировочной характеристики проводят 1 раз в квартал и при смене партии реактивов.

7.4. Отбор проб

Отбор проб воздуха проводится согласно ГОСТу 17.2.3.01-86. Воздух со скоростью 10 дм³/мин аспирируют через 2 последовательно соединенных поглотительных прибора Рыхтера ЗР, содержащих по 10 см³ воды в каждом, в течение 25 мин. При температуре окружающего воздуха выше +5 °С их охлаждают смесью льда с водой. После отбора пробы концы поглотительных сосудов фиксируют стеклянными заглушками. Срок хранения пробы - не более 1-х суток.

8. Выполнение измерений

После отбора пробы воздуха содержимое обоих поглотителей сливают вместе в стеклянный флакон вместимостью 30 см³ и добавляют 5 г сульфата натрия. Далее пробу обрабатывают в соответствии с п. 7.3. На хроматограмме рассчитывают высоту пика и по градуировочной характеристике определяют массу ацетальдегида в пробе.

9. Вычисление результатов измерений

Концентрацию ацетальдегида в атмосферном воздухе (мг/м³) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{M}{V_0}, \text{ где}$$

M - масса ацетальдегида в пробе, найденная по градуировочной характеристике, мкг;
V₀ - объем пробы воздуха, приведенный к нормальным условиям, дм³:

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

V_i - объем воздуха, отобранный для анализа, дм³;

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

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

Методические указания разработаны В. Ф. Федониной (Всеобщий научно-исследовательский и проектный институт номер ВНИИМ г. Тула).

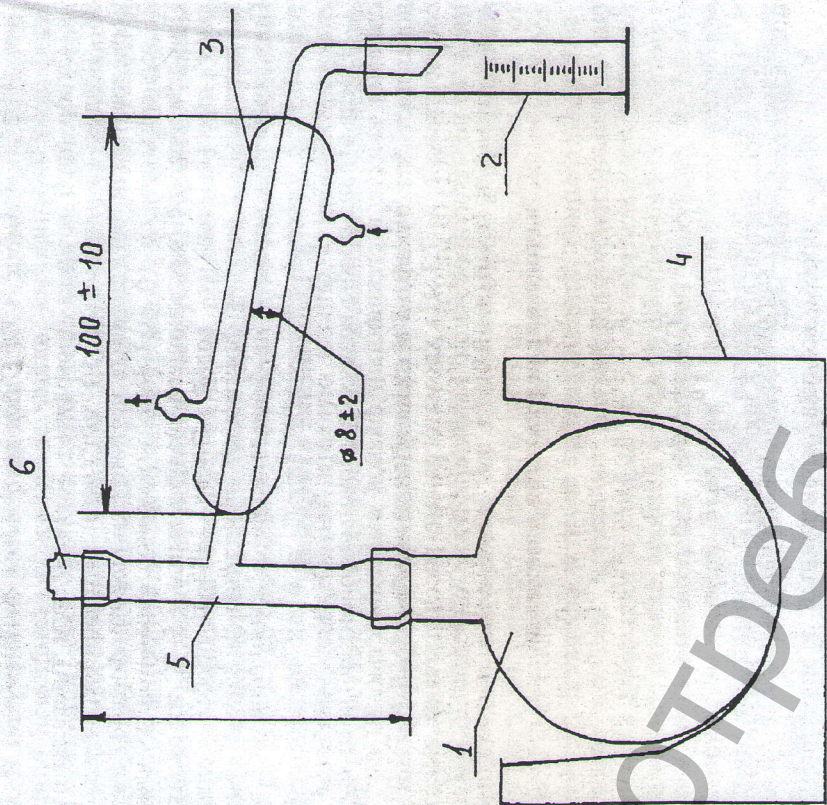


Рис. 1. Установка для перегонки.

1 - колба круглодонная на 1000 см³ ГОСТ 25336-82, 2 - цилиндр (пробирка) 2-5 ГОСТ 1770-74, 3 - Холодильник ГОСТ 25336-82, 4 - колбонагреватель, 5 - насадка Н1 - 29/32-14/23-14/23 (изгиб И < 75°К-29/32-14/23ГО) ГОСТ 25336-82, 6 - пробка (термометр).