

Министерство здравоохранения СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ  
РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

22/I

Москва - 1988

Министерство здравоохранения СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ  
РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

22/1

Москва - 1988

Методические указания по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны предназначены для санитарно-эпидемиологических стаций и санитарных лабораторий на промышленных предприятиях при осуществлении контроля за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны, а также научно-исследовательских институтов Министерства здравоохранения СССР и других заинтересованных министерств и ведомств.

Методические указания разрабатываются и утверждаются с целью обеспечения контроля соответствия фактических концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны их предельно-допустимым концентрациям (ПДК)-санитарно-гигиеническим нормативам, утверждаемым Министерством здравоохранения СССР, оценки эффективности внедрения санитарно-гигиенических мероприятий, установления необходимости использования средств индивидуально защиты органов дыхания, оценки влияния вредных веществ на состояние здоровья работающих и др.

Включенные в данный выпуск методические указания подготовлены в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005-76 "ССБТ. Воздух рабочей зоны. Общие санитарно-гигиенические требования" и ГОСТ 12.1.016-79 "ССБТ. Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерения концентраций вредных веществ" и одобрены Проблемной комиссией "Научные основы гигиены труда и профессиональной патологии". Методические указания являются обязательными при осуществлении вышеуказанного контроля.

Ответственные за выпуск: С.И.Муравьева, Г.А.Льякова, К.М.Грачева,  
В.Г.Овчинин.

Настоящие методические указания разрешается размножить в необходимом количестве экземпляров.

## УВЕРЕЛАН

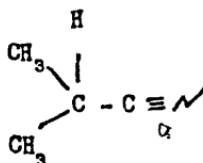
Заместитель Главного Государственного санитарного врача СССР

*А.И.Зайченко*

"II" декабря 1987 г.

J-4447-87

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ  
ИЗОБУТИРОНИТРИЛА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



A.M.69.10

Изобутионитрил, нитрил изомасляной кислоты, 2-метилпропионитрил-бесцветная жидкость, температура кипения 102°C, показатель преломления 1,374, плотность - 770 кг/м<sup>3</sup> при 20°C, легко растворим в эфире и спирте, растворим в ацетоне, трудно растворим в воде (3,5% вес. при 20°C).

В воздухе находится в виде паров.

Изобутиронитрил очень ядовит. Вдыхание паров быстро приводит к острому отравлению по картине, характерной для отравления изоницидами.

ОБУВ ~ 0,5 мг/м<sup>3</sup>.

## ХАРАКТЕРИСТИКА МЕТОДА

Метод основан на использовании газожидкостной хроматографии с применением плазменно-ионизационного детектора.

Отбор проб без концентрирования.

Нижний предел измерения в хроматографируемом объеме 0,002 мкг (при вводе 10 мл пробы).

Нижний предел измерения в воздухе 0,2 мг/м<sup>3</sup>.

Диапазон измеряемых концентраций в воздухе от 0,2 до 4 мг/м<sup>3</sup>.

Другие нитрилы не мешают определению.

Суммарная погрешность не превышает  $\pm 15\%$ .

Время выполнения измерения (включая отбор проб) около 10 минут.

#### ПРИБОРЫ, АППАРАТУРА, ПОСУДА.

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором.

Колонка стеклянная или из нержавеющей стали длиной 3 м, диаметром 3 мм.

Генератор водорода СГС-2.

Секундомер, ГОСТ 5072-67.

Призы медицинские стеклянные, вместимостью 1, 2, 5, 10, 100 мл.

Бутыли дозировочные, вместимостью 10 и 20 л.

Линейка измерительная.

Воздушный компрессор.

#### РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Изобутиронитрил х.ч.

Хроматон *N*-Aw с зернением 0,160-0,200 мкм или аналогичный воситель.

Апиезон *L* или готовая насадка 5% апиезона *L* на хроматоне *N*-Aw (производство ЧССР).

Газообразный азот, ГОСТ 9293-74.

Водород ГОСТ 3022-80 в баллоне с редуктором или получаемый из генератора водорода.

Воздух ГОСТ 11282-73 в баллоне с редуктором или нагнетаемый компрессором.

Бензол, XЧ ГОСТ 5955-75 или толуол.

### ОТБОР ПРОБЫ ВОЗДУХА

Отбор пробы воздуха проводят в медицинские шприцы, ёмкостью 100 мл. Шприцы закрывают заглушки. Анализ рекомендуется проводить в день отбора проб.

### ПОДГОТОВКА К ИЗМЕРЕНИЮ

Хроматон фракции 0,16-0,20 мл модифицируют, обрабатывая соляной кислотой. Для этого хроматон кипятят с концентрированной соляной кислотой, несколько раз меняя кислоту. Затем отмывают хроматон до отсутствия в промытой воде ионов хлора. Отмытый хроматон сушат при температуре 120-150<sup>0</sup>C.

В качестве стационарной фазы используют амилон *L*, который наносят в количестве 5% на подготовленный носитель. Амилон-*L* растворяют в толуоле или бензоле, в полученный раствор вносят твердый носитель, перемешивают до улетучивания растворителя, остатки удаляют выпариванием на водяной бане. Подготовленной насадкой заполняют хроматографическую колонку, колонку помещают в терmostат при температуре 130<sup>0</sup>, продувают газом-носителем в течение 10 часов.

Стандартные смеси изобутиронитрила с воздухом для построения калибровочного графика готовят в стеклянных бутылках различного

объема. Для этого извещивают определенное количество вещества в стеклянных ампулах, которые потом разбивают в бутылках при перемешивании. Создаются смеси изобутиронитрила с воздухом с концентрациями в диапазоне 0,002 мкг/мл-0,4 мкг/мл, которые вводят в хроматограф в количестве 10 мл.

Строят градуировочный график, выражавший зависимость площади пика ( $\text{мм}^2$ ) от количества изобутиронитрила (мкг). Площадь пика получают умножением высоты на его ширину, измеренную на половине высоты. Построение градуировочного графика необходимо проводить не менее чем по 6 точкам, проводя 5 параллельных определений для каждой концентрации.

### УСЛОВИЯ ХРОМАТОГРАФИРОВАНИЯ ГРАДУИРОВОЧНЫХ СМЕСЕЙ И АНАЛИЗИРУЕМЫХ ПРОБ

Температура термостата колонок	$90^\circ\text{C}$
Температура испарителя	$110^\circ\text{C}$
Скорость потока газа-носителя азота	60 мл/мин
Скорость потока водорода	2,4 л/час
Скорость потока воздуха	24 л/час
Скорость движения диаграммной ленты	360 м/час
Время удерживания изобутиронитрила	51 сек.

### ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЯ

При определении изобутиронитрила 10 мл пробы воздуха из спринклера вводят в хроматограф через самоуплотняющую мембрану, вычисляют площадь пика и по градуировочному графику находят количество определяемого компонента.

### РАСЧЕТ КОНЦЕНТРАЦИИ

Концентрацию изобутиронитрила в  $\text{мг}/\text{м}^3$  (С) вычисляют по формуле

$$C = \frac{a \cdot 1000}{V} \text{ мг}/\text{м}^3, \text{ где}$$

a - количество компонента, найденное по калибровочному графику, мкг;

V - объем воздуха, взятый для анализа, мл.

## ПРИЛОЖЕНИЕ I

## Справочное

Приведение объема воздуха к условиям по ГОСТ 12.1.016-79 (температура 20<sup>0</sup>С, давление 760 мм рт.ст.) проводят по следующей формуле:

$$V_t = \frac{V_t (273 + 20) \cdot P}{(273 + t^\circ) \cdot 101,33} \quad , \text{ где}$$

$V_t$  - объем воздуха, отобранный для анализа, л;

$P$  - барометрическое давление, кПа

(101,33 кПа = 760 мм рт.ст.);

$t^\circ$  - температура воздуха в месте отбора пробы, <sup>0</sup>С.

Для удобства расчета  $V_t$  следует пользоваться таблицей коэффициентов (приложение 2). Для приведения объема воздуха к температуре 20<sup>0</sup>С и к давлению 760 мм рт.ст. надо умножить  $V_t$  на соответствующий коэффициент.

## ПРИЛОЖЕНИЕ 2

## Справочное

Коэффициент К для приведения объема воздуха к условиям  
по ГОСТ 12.1.016-79

$^{\circ}\text{C}$	Давление Р, кПа (мм рт.ст.)									
	97,33 (730)	97,86 (734)	98,4 (738)	98,93 (742)	99,46 (746)	100 (750)	100,53 (754)	101,06 (758)	101,33 (760)	101,86 (764)
-30	I, 1582	I, 1646	I, 1709	I, 1772	I, 1836	I, 1899	I, 1963	I, 2026	I, 2058	I, 2122
-26	I, 1393	I, 1456	I, 1519	I, 1581	I, 1644	I, 1705	I, 1768	I, 1831	I, 1862	I, 1925
-22	I, 1212	I, 1274	I, 1336	I, 1396	I, 1458	I, 1519	I, 1581	I, 1643	I, 1673	I, 1735
-18	I, 1036	I, 1097	I, 1159	I, 1218	I, 1278	I, 1338	I, 1399	I, 1460	I, 1490	I, 1551
-14	I, 0866	I, 0926	I, 0986	I, 1045	I, 1105	I, 1164	I, 1224	I, 1284	I, 1313	I, 1373
-10	I, 0701	I, 0760	I, 0819	I, 0877	I, 0936	I, 0994	I, 1053	I, 1112	I, 1141	I, 1200
-6	I, 0540	I, 0599	I, 0657	I, 0714	I, 0772	I, 0829	I, 0887	I, 0945	I, 0974	I, 1032
+2	I, 0385	I, 0442	I, 0499	I, 0556	I, 0613	I, 0669	I, 0726	I, 0784	I, 0812	I, 0869
0	I, 0309	I, 0366	I, 0423	I, 0477	I, 0535	I, 0591	I, 0648	I, 0705	I, 0733	I, 0789
-2	I, 0234	I, 0291	I, 0347	I, 0402	I, 0459	I, 0514	I, 0571	I, 0627	I, 0655	I, 0712
-6	I, 0087	I, 0143	I, 0198	I, 0253	I, 0309	I, 0363	I, 0419	I, 0475	I, 0502	I, 0557
+10	0, 9944	0, 999	I, 0054	I, 0108	I, 0162	I, 0216	I, 0272	I, 0326	I, 0353	I, 0407
+14	0, 9806	0, 9860	0, 9914	0, 9967	I, 0027	I, 0074	I, 0128	I, 0183	I, 0209	I, 0263
+18	0, 9671	0, 9725	0, 9778	0, 9880	0, 9884	0, 9936	0, 9989	I, 0043	I, 0069	I, 0122
+20	0, 9605	0, 9658	0, 9711	0, 9783	0, 9816	0, 9868	0, 9921	0, 9974	I, 0000	I, 0053
+22	0, 9539	0, 9592	0, 9645	0, 9696	0, 9749	0, 9800	0, 9853	0, 9906	0, 9932	0, 9985
+24	0, 9475	0, 9527	0, 9579	0, 9631	0, 9683	0, 9735	0, 9787	0, 9839	0, 9865	0, 9917
+26	0, 9412	0, 9464	0, 9516	0, 9566	0, 9618	0, 9669	0, 9721	0, 9773	0, 9799	0, 9851
+28	0, 9349	0, 9401	0, 9453	0, 9503	0, 9655	0, 9605	0, 9657	0, 9708	0, 9734	0, 9785
+30	0, 9288	0, 9339	0, 9891	0, 9440	0, 9432	0, 9542	0, 9594	0, 9645	0, 9670	0, 9723
+34	0, 9167	0, 9218	0, 9268	0, 9318	0, 9368	0, 9418	0, 9468	0, 9519	0, 9544	0, 9595
+38	0, 9049	0, 9099	0, 9149	0, 9198	0, 9248	0, 9297	0, 9347	0, 9397	0, 9421	0, 9471

Приложение 3

ПЕРЕЧЕНЬ  
учреждений, представивших "Методические указания  
по измерению концентраций вредных веществ в  
воздухе."

п/п!	Наименование вещества	Учреждения, представившие Методические указания
I!	2	3
I	аненафтен	НИОПИК, Донецкий медицинский институт
2	3,3-диметилбутанон-2 (пинаколип)	НИИ химии АН УзССР
3	дисульфид	НИИ лекарств
4	I, I-ди(4-хлорбенокси)-3,3-диметилбутанон-2	НИИ химии АН УзССР
5	изобутиронитрил	Волгоградская обл. СССР
6	3-изоцианотолуол	Горьковский НИИ ГТиБЗ
7	красители активные хлортриазиновые	НИОПИК
8	красители винилсульфоновые	НИОПИК
9	красители дисперсные актракционные	НИОПИК
10	красители триарилметановые	НИОПИК
II	красители фталоцианиновые	НИОПИК
I2	крезидин	НИОПИК
I3	натрия гидрокарбонат	Донецкий НИИ ГТиБЗ
I4	натрий монохлоруксусный	Уфимский НИИ ГТиБЗ
I5	натриевая соль полифталоцианина кобальта	Уфимский НИИ ГТиБЗ
I6	рибофлавин	НИИ лекарств
I7	L-сорбоза	НИИ ГТиБЗ АН СССР
I8	сульфазин, сульфалиазин серебра, уросульфан	НИИ лекарств
I9	сульфантрол	НИИ лекарств
20	I, 2, 4-триазол	НИИ химии АН УзССР
21	триэтилfosfат	Львовский медицинский институт

1	2	1	3
22	I-хлор-3,3-диметилбутанон-2	НИИ химии АН УзССР	
23	I,4-хлорфенокси-(3,3-диметилбутанон-2)	НИИ химии АН УзССР	
24	I-хлор(4-хлорфенокси)-3,3-диметил- бутанон-2	НИИ химии АН УзССР	
25	цианамид кальция	Армянский НИИ ГТИВ	

## Приложение 4

Вещества, определяемые по ранее утвержденным  
и опубликованным Методическим указаниям

<u>Наименование веществ</u>	<u>Методические указания</u>
I,I,5-тригидроперфторамилакрилат	ИУ на фотометрическое определение фторогорганических соединений в воздухе, 1., 1981, с. 187 (переизданный сборник ИУ, вып. I-5) коэффициент пересчета с фтора I,88
I,I-дигидроперфторамилакрилат	коэффициент пересчета с фтора I,78
I,I,7-тригидроперфторгептилакрилат	коэффициент пересчета с фтора I,69
I,I-дигидроперфторгептилакрилат	коэффициент пересчета с фтора I,64

Указатель определяемых веществ

**Алкнафтен 3**

Гидрокарбонат натрия 7

**3,3-диметилбутанон-2 12**

**6,7-диметил-9-(Д-Л-рибитил)изосаллоксазин (рибофлавин) 18**

**Десульфан 22**

**1,1-ди(4-хлорfenокси)-3,3-диметилбутанон-2(дихлорфеноксиинаколин) 26**

**Изобутиронитрил 31**

**3-изоцианотолуол (и-толилизоцианат) 35**

**Красители: активные ринилсульфоновые 48**

активный красно-фиолетовый 2КТ 44

активные хлортиазиновые 65

дисперсные антрахиноновые 40

дисперсный прочный желтый 2Y 44

основные триарилметановые 54

фталоцианиновые 60

**Крезидин 70**

**Моноклоруксусный натрий 76**

**Натриевая соль полигтaloцианина кобальта 81**

**L-сорбоза 86**

**Сульфадиазин серебра 92**

**Сульфазин 92**

**Сульфантрол 97**

**1,2,4-триазол 101**

**Триэтилфосфат 110**

**Уросульфан 92**

**1-хлор-3,3-диметилбутанон-2 115**

**1-(4-хлорfenокси)-3,3-диметилбутанон-2 120**

**1-хлор-(4-хлорfenокси)-3,3-диметилбутанон-2 120**

**Цванамид кальция 126**

## СОДЕРЖАНИЕ

стр.

1. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций аценафтена в воздухе рабочей зоны. . . . .	3
2. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций гидрокарбоната натрия в воздухе рабочей зоны. . . . .	7
3. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации 3,3-диметилбутанона-2 в воздухе рабочей зоны. . . . .	12
4. Методические указания по флуориметрическому измерению концентрации 6,7-диметил-9-(Д-І-рибитил)изоаллоксазина (рибофлавина) в воздухе рабочей зоны . . . . .	18
5. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций дисульфана в воздухе рабочей зоны. 22	
6. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 1,1-ди(4-хлорбенокси)-3,3-диметилбутанона-2(дихлорбеноксипинаколина) в воздухе рабочей зоны. 26	
7. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций изобутиронитрила в воздухе рабочей зоны. 31	
8. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 3-изо-шантодулола (и-толитизопианата) в воздухе рабочей зоны . . . . .	35
9. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций дисперсных антрахиноновых красителей в воздухе рабочей зоны. . . . .	40

10. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций красителей актичного красно-фиолетового 2КТ и дисперсного прочного желтого 2К при совместном присутствии в воздухе рабочей зоны . . . . .	44
11. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций винилсульфоновых активных красителей: бордо 4 СТ, желтого 2 КТ, алого 4 ЕТ, желтого светопрочного 2 КТ, красно-фиолетового 2 КТ, красно-коричневого 2 КТ в воздухе рабочей зоны . . . . .	48
12. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций основных триарилметановых красителей (основного фиолетового К, основного синего К, основного ярко-зеленого сульфата, основного ярко-зеленого оксалата) в воздухе рабочей зоны . . . . .	54
13. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций водорастворимых фталоцианиновых красителей в воздухе рабочей зоны . . . . .	60
14. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций активных хлортiazиновых красителей в воздухе рабочей зоны . . . . .	65
15. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации крезидина в воздухе рабочей зоны. . . . .	70
16. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации монохлоруксусного натрия в воздухе рабочей зоны. . . . .	76
17. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций натриевой соли полифталоцианина кобальта в воздухе рабочей зоны . . . . .	81

18. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций L-сорбозы в воздухе рабочей зоны . . . . .	86
19. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций сульфазина, сульфадиазина серебра, уросульфана в воздухе рабочей зоны . . . . .	92
20. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций сульфантрола в воздухе рабочей зоны. . . . .	97
21. Методические указания по газохроматографическому и хроматографическому измерению концентраций 1,2,4-триазола в воздухе рабочей зоны . . . . .	101
22. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций триэтилфосфата в воздухе рабочей зоны . . . . .	110
23. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 1-хлор-3,3-диметилбутанона-2 в воздухе рабочей зоны . . . . .	115
24. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 1-(4-хлорfenокси)-3,3-диметилбутанона-2 и 1-хлор-(4-хлорfenокси)-3,3-диметилбутанона-2 в воздухе рабочей зоны.	120
25. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации пизамида кальция в воздухе рабочей зоны . . . . .	126
Приложение 1 . . . . .	131
Приложение 2 . . . . .	132
Приложение 3 . . . . .	133
Приложение 4 . . . . .	135
Указатель определяемых веществ . . . . .	136

1.-47854 от 23.04.85 п. л. 325 Зак. № 1562 Тип 102  
 Типография Министерства здравоохранения СССР