

Министерство здравоохранения СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ
РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

22/1

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 станций 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 индивидуальной 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. Дьякова, К.М. Грачева,
В.Г. Овечкин.

Настоящие методические указания разрешается размножить в необходимом количестве экземпляров.



УТВЕРЖАЮ

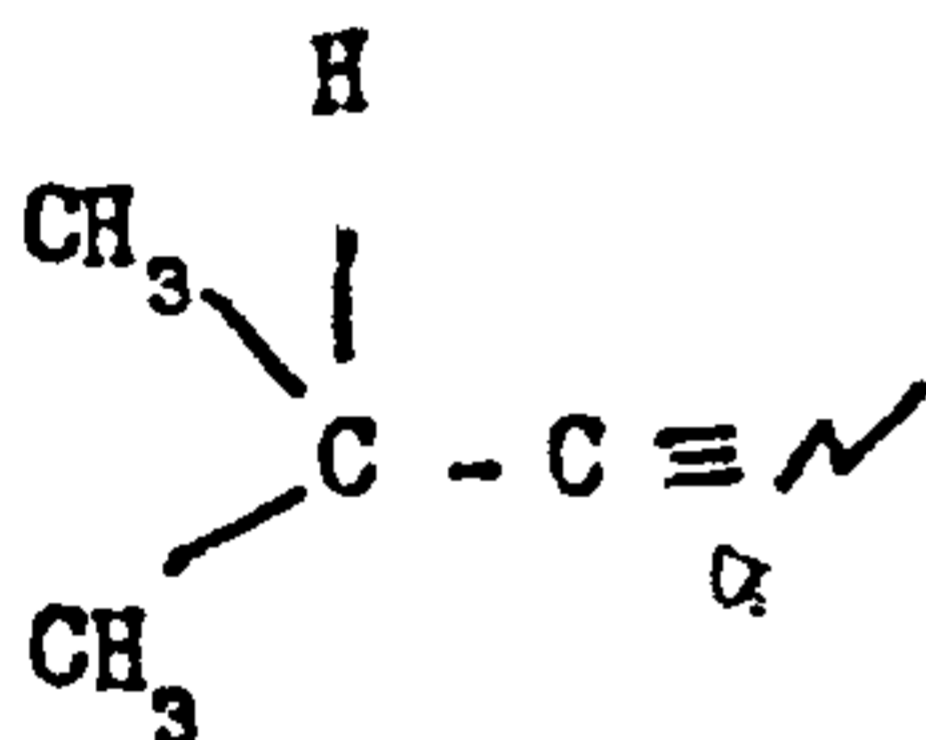
Заместитель Главного Государст-
венного санитарного врача СССР

 А.И. Заиченко

" 11 " декабря 1987 г.

№ 4447-87

М Е Т О Д И Ч Е С К И Е У К А З А Н И Я
ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ
ИЗОБУТИРОНИТРИЛА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



Ч.м.69,10

Изобутиронитрил, нитрил изомасляной кислоты, 2-метилпропио-нитрил-бесцветная жидкость, температура кипения 102⁰С, показатель преломления 1,374, плотность - 770 кг/м³ при 20⁰С, легко растворим в эфире и спирте, растворим в ацетоне, трудно растворим в воде (3,5% вес. при 20⁰С).

В воздухе находится в виде паров.

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

ОБУВ - 0,5 мг/м³.

ХАРАКТЕРИСТИКА МЕТОДА

Метод основан на использовании газожидкостной хроматографии с применением пламенно-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 мкг/м³.

Диапазон измеряемых концентраций в воздухе от 0,2 до 4 мкг/м³

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.

Шприцы 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 мм или аналогичный носитель.

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 11292-73 в баллоне с редуктором или нагнетаемый компрессором.

Бензол, ХЧ ГОСТ 5955-75 или толуол.

ОТБОР ПРОБЫ ВОЗДУХА

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

ПОДГОТОВКА К ИЗМЕРЕНИЮ

Хроматон фракции 0,16-0,20 мм модифицируют, обрабатывая соляной кислотой. Для этого хроматон кипятят с концентрированной соляной кислотой, несколько раз меняя кислоту. Затем отмытый хроматон до отсутствия в промывной воде ионов хлора. Отмытый хроматон сушат при температуре 120-150°C.

В качестве стационарной фазы используют апиезон \mathcal{L} , который наносят в количестве 5% на подготовленный носитель. Апиезон- \mathcal{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 термостат при температуре 130°, продувают газом-носителем в течение 10 часов.

Стандартные смеси изобутиронитрида с воздухом для построения калибровочного графика готовят в стеклянных бутылках различного объема. Для этого взвешивают определенное количество вещества в стеклянных ампулах, которые потом разбивают в бутылках при перемешивании. Создаются смеси изобутиронитрида 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, выражающий зависимость площади пика (мм^2) от количества изобутиронитрила ($\mu\text{кг}$). 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°C
Температура испарителя	110°C
Скорость потока газа-носителя азота	60 мл/мин
Скорость потока водорода	2,4 л/час
Скорость потока воздуха	24 л/час
Скорость движения диаграмной ленты	360 мм/час
Время удерживания изобутиронитрила	51 сек.

ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЯ

При определении изобутиронитрила 10 мл пробы воздуха из шприца 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, $\mu\text{кг}$;

V — объем воздуха, взятый для анализа, мл.

ПРИЛОЖЕНИЕ I

Справочное

Приведение объема воздуха к условиям по ГОСТ 12.1.016-79 (температура 20°C, давление 760 мм рт.ст.) проводят по следующей формуле:

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

V_t - объем воздуха, отобранный для анализа, л;

P - барометрическое давление, кПа

(101,33 кПа = 760 мм рт.ст.);

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

Для удобства расчета V следует пользоваться таблицей коэффициентов (приложение 2). Для приведения объема воздуха к температуре 20°C 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

t, °C	Давление P, 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	1,1582	1,1646	1,1709	1,1772	1,1836	1,1899	1,1963	1,2026	1,2058	1,2122
-26	1,1393	1,1456	1,1519	1,1581	1,1644	1,1705	1,1768	1,1831	1,1862	1,1925
-22	1,1212	1,1274	1,1336	1,1396	1,1458	1,1519	1,1581	1,1643	1,1673	1,1735
-18	1,1036	1,1097	1,1159	1,1218	1,1278	1,1338	1,1399	1,1400	1,1490	1,1551
-14	1,0866	1,0926	1,0986	1,1045	1,1105	1,1164	1,1224	1,1284	1,1313	1,1373
-10	1,0701	1,0760	1,0819	1,0877	1,0936	1,0994	1,1053	1,1112	1,1141	1,1200
-6	1,0540	1,0599	1,0657	1,0714	1,0772	1,0829	1,0887	1,0945	1,0974	1,1032
-2	1,0385	1,0442	1,0499	1,0556	1,0613	1,0669	1,0726	1,0784	1,0812	1,0869
0	1,0309	1,0366	1,0423	1,0477	1,0535	1,0591	1,0648	1,0705	1,0733	1,0789
+2	1,0234	1,0291	1,0347	1,0402	1,0459	1,0514	1,0571	1,0627	1,0655	1,0712
+6	1,0087	1,0143	1,0198	1,0253	1,0309	1,0363	1,0419	1,0475	1,0502	1,0557
+10	0,9944	0,999	1,0054	1,0108	1,0162	1,0216	1,0272	1,0326	1,0353	1,0407
+14	0,9806	0,9860	0,9914	0,9967	1,0027	1,0074	1,0128	1,0183	1,0209	1,0263
+18	0,9671	0,9725	0,9778	0,9830	0,9884	0,9936	0,9989	1,0043	1,0069	1,0122
+20	0,9605	0,9658	0,9711	0,9763	0,9816	0,9868	0,9921	0,9974	1,0000	1,0053
+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	0,9391	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

П Е Р Е Ч Е Н Ъ

учреждений, представивших „Методические указания
по измерению концентраций вредных веществ в
воздухе.“

№ п/п	Наименование вещества	Учреждения, представившие Методические указания
1	2	3
1	аценафтен	НИОПИК, Донецкий медицинский институт
2	3,3-диметилбутанол-2 (пинаколин)	НИИ химии АН УзССР
3	дисульфид	НИИ лекарственных средств
4	1,1-ди(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанол-2	НИИ химии АН УзССР
5	изобутиронитрил	Волгоградская обл. СЭС
6	3-изоцианотолуол	Горьковский НИИ ГТИПЗ
7	красители активные хлортриазиновые	НИОПИК
8	красители винилсульфоновые	НИОПИК
9	красители дисперсные антрахиноновые	НИОПИК
10	красители триарилметановые	НИОПИК
11	красители фталоцианиновые	НИОПИК
12	крезидин	НИОПИК
13	натрия гидрокарбонат	Донецкий НИИ ГТИПЗ
14	натрий монохлоруксусный	Уфимский НИИ ГТИПЗ
15	натриевая соль полифталоцианина кобальта	Уфимский НИИ ГТИПЗ
16	рибофлавин	НИИ лекарственных средств
17	L-сорбоза	НИИ ГТИПЗ АМН СССР
18	сульфазин, сульфадiazин серебра, уросульфидан	НИИ лекарственных средств
19	сульфантрол	НИИ лекарственных средств
20	1,2,4-триазол	НИИ химии АН УзССР
21	триэтилфосфат	Львовский медицинский институт

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

Приложение 4

Вещества, определяемые по ранее утвержденным
и опубликованным Методическим указаниям

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

Указатель определяемых веществ

- Ацетатен 3
 Гидрокарбонат натрия 7
 3,3-диметилбутанон-2 12
 6,7-диметил-9-(Д-Г-рибитил)изоаллоксазин (рибофлавин) 18
 Дисульфид 22
 1,1-ди(4-хлорфеноксид)-3,3-диметилбутанон-2(дихлорфеноксипинаколин) 26
 Изобутиронитрил 31
 3-изоцианотолуол (м-толилизотиоцианат) 35
 Красители: активные синилсульфонозные 48
 активный красно-фиолетовый 2КТ 44
 активные хлортиазинозные 65
 дисперсные антрахинонозные 40
 дисперсный прочный желтый 2Х 44
 основные триариметановые 54
 фталоцианинозные 60
 Крезидин 70
 Моноклоруксусный натрий 76
 Натриевая соль полифталоцианина кобальта 81
 L-сорбоза 86
 Сульфадиазин серебра 92
 Сульфазин 92
 Сульфантрал 97
 1,2,4-триазол 101
 Триэтилфосфат 110
 Уросульфид 92
 1-хлор-3,3-диметилбутанон-2 115
 1-(4-хлорфеноксид)-3,3-диметилбутанон-2 120
 1-хлор-(4-хлорфеноксид)-3,3-диметилбутанон-2 120
 Цананид кальция 126

СОДЕРЖАНИЕ

	стр.
1. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций аценафта 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 концентраций 3,3-диметилбутанона-2 в воздухе рабочей зоны	12
4. Методические указания по флуориметрическому измерению концентрации 6,7-диметил-9-(Д-Г-рибитил)изоаллоксамина (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-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанона-2(дихлорфеноксипинаколик) в воздухе рабочей зоны	26
7. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций изобутиронитрила в воздухе рабочей зоны	31
8. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации 3-изоцианотолуола (и-толилизотианата) 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 активного красного-фиолетового 2КТ и дисперсного прочного желтого 2Ж 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 хлорфазиновых 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 моноклоруксусного 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-сорбози 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 концентрация 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-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанона-2 и 1-хлор-(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанона-2 в воздухе рабочей зоны. 120	
25. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации пирамиды кальция в воздухе рабочей зоны	126
Приложение 1	131
Приложение 2	132
Приложение 3	133
Приложение 4	135
Указатель определяемых веществ	136

1. - 47254 от 22.04.22 г. л. 225 Зак. № 1562 Тип 1000