

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

---

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ  
В ВОЗДУХЕ**

**Выпуск XVI**

Москва, 1980

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ**

**МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР**

**Москва, 1980 г.**

Сборник методических указаний составлен  
методической секцией по промышленно-  
санитарной гигиене при проблемной комиссии  
"Научные основы гигиены труда и профес-  
сиональной патологии".

### Выпуск XVI

Настоящие методические указания распро-  
страняются на определение содержания  
вредных веществ в воздухе промышленных  
помещений при санитарном контроле.

Редакционная коллегия: Тарасов В.В., Бабина М.Д.,  
Набиев М.Н., Дьякова Г.А., Озечкин В.Г.

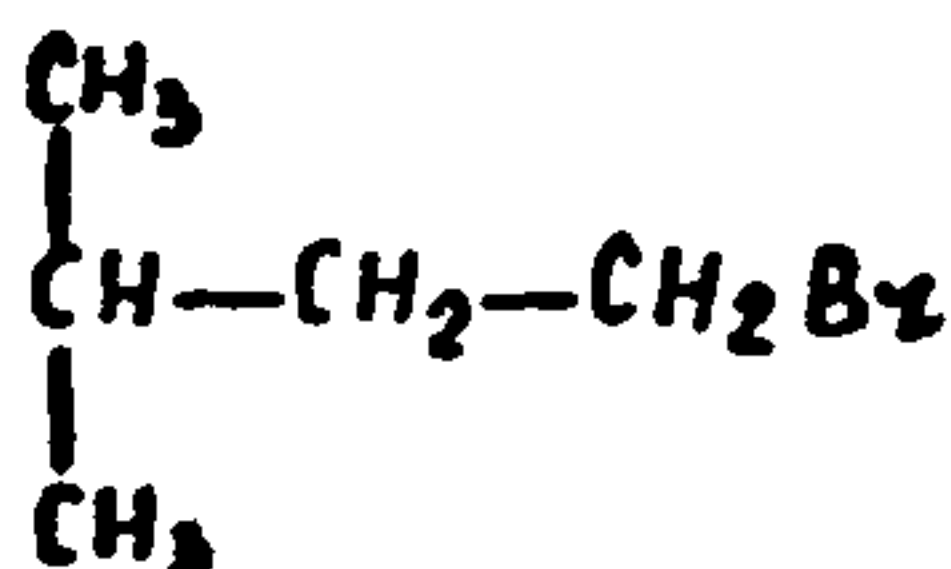
УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного государственного  
санитарного врача СССР А. И. ЗАИЧЕНКО

"23" сентября 1980 г.

№ 2232-80

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
НА ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИЗОАМИЛБРОМИДА  
В ВОЗДУХЕ



М.м. 151,06

Изоамилбромид. жидкость с Т.кп. 121°C, упругостью пара 12,8 мм рт.ст. при 20°C и удельным весом 1,19 при 20°C. Агрегатное состояние в воздухе — пары.

## I. Общая часть

1. Определение основано на использовании газо-жидкостной хроматографии при работе на приборе с пламенно-ионизационным детектором. Отбор проб без концентрирования.

2. Предел обнаружения 0,015 мкг в анализируемом объеме воздуха

3. Предел обнаружения в воздухе 3 мг/м<sup>3</sup> (расчетный)

4. Погрешность определения ± 10%

5. Диапазон измеряемых концентраций 3-30 мг/м<sup>3</sup>

6. Определению не мешает изоамилловый спирт, мешает 2-бромэтан.

7. Предельно допустимая концентрация изоамилбромида в воздухе 5 мг/м<sup>3</sup>.

## II. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые реактивы

Изоамилбромид, ч, МРТУ 6-09-380-63

Хлороформ, х.ч. ГОСТ 215-74

Целит 545 или целит С-22, фракции 80-100 меш

Силиконовое масло ДС-550

Газообразные азот, водород и воздух в баллонах с редукторами

9. Применяемые посуда и приборы

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором

Колонка из нерж.стали, длиной 1 м, диаметром 3 мм

Шприцы медицинские, емкостью 100, 10, 5 мл

Микрошприцы

Секундомер

Лупа измерительная

Баня водяная

Стекланные бутылки емкостью 20 л

## III. Отбор проб воздуха

10. Пробу воздуха отбирают в медицинские шприцы, емкостью 100 мл. Шприцы закрывают заглушками. Контакт пробы воздуха с резиной должен быть возможно малым. Анализ необходимо проводить в день отбора проб.

## IV. Описание определения

11. Для приготовления насадки колонки 15% силиконового масла ДС-550 от веса твердого носителя растворяют в хлороформе и заливают этим раствором целит 545, помещенный в выпарительную чашку. Хлороформ удаляют на водяной бане при осторожном перемешивании.

затем насадку сушат в сушильном шкафу при температуре  $100^{\circ}\text{C}$  до полного удаления растворителя.

Колонку равномерно заполняют с помощью вакуума подготовленной насадкой и кондиционируют при  $120^{\circ}\text{C}$  в течение 5–6 часов в токе газа-носителя при отключенном детекторе. Общую подготовку прибора проводят согласно инструкции.

Пробы воздуха для анализа отбирают из большого шприца в малые медицинские, прокалывая резинку заглушки и вводят через самоуплотняющуюся мембрану в испаритель хроматографа. Необходимо всю серию анализов проводить одним шприцом, скорость ввода пробы должна быть постоянной.

Условия анализа:

|                                      |                          |
|--------------------------------------|--------------------------|
| Длина колонки                        | 1 м                      |
| Диаметр колонки                      | 3 мм                     |
| Твердый носитель                     | Целит 545(80–100 меш)    |
| Жидкая фаза                          | Силиконовое масло ДС-550 |
| Температура колонки                  | $100^{\circ}\text{C}$    |
| Температура испарителя               | $140^{\circ}\text{C}$    |
| Скорость потока газа-носителя(азота) | 30 мл/мин                |
| Скорость потока водорода             | 30 мл/мин                |
| Скорость потока воздуха              | 300 мл/мин               |
| Скорость диаграммной ленты           | 600 мл/час               |
| Объем вводимой пробы                 | 5 мл                     |
| Время удерживания изоамилбромид      | 2 мин 42 сек             |

Количественное определение проводят методом абсолютной калибровки. Для приготовления калибровочных смесей в отвакуумированную бутылку емкостью 20 л вводят микрошприцом 5 мл изоамилбромид, бутылку заполняют воздухом. Для лучшего перемешивания нижней часть

бутыли следует попеременно нагреть и охладить. Последовательно соединяют три бутылки с одинаковой концентрацией изоамилбромида. Через 2-3 часа из бутылки берут 10 мл пробы и разбавляют воздухом до 100 мл. Алликвоты от 0,5 мл до 5 мл вводят в хроматограф и строят калибровочный график.

Концентрацию изоамилбромида в  $\text{мг/м}^3$  воздуха ( $X$ ) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{g}{V_{20}}, \text{ где}$$

$g$  - количество изоамилбромида, найденное по калибровочному графику,  $\text{мкг}$

$V_{20}$  - объем воздуха в л., взятый для анализа и приведенный к стандартным условиям по формуле ( см. приложение I).

## Приложение I

Приведение объема воздуха к стандартным условиям проводят по следующей формуле:

$$V'_{20} = \frac{V'_t (273 + 20) \cdot P}{(273 + t^\circ) \cdot 101,33}, \text{ где}$$

$V'_t$  – 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,  $^\circ\text{C}$

Для удобства расчета  $V'_{20}$  следует пользоваться таблицей коэффициентов (приложение 2). Для приведения воздуха к стандартным условиям надо умножить  $V'_t$  на соответствующий коэффициент.



К О Э Ф Ф И Ц Е Н Т Ы

для приведения объема воздуха к стандартным условиям: температура +20°C и атмосферное давление 101,33 кПа

| С | Давление P, кПа |        |        |        |        |        |        |        |        |        |        |
|---|-----------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
|   | 97,33           | 97,86  | 98,4   | 98,93  | 99,46  | 100    | 100,53 | 101,06 | 101,33 | 101,66 | 102,40 |
| 0 | 1,1582          | 1,1646 | 1,1709 | 1,1772 | 1,1836 | 1,1899 | 1,1963 | 1,2026 | 1,2058 | 1,2122 | 1,2185 |
| 6 | 1,1393          | 1,1456 | 1,1519 | 1,1581 | 1,1644 | 1,1705 | 1,1768 | 1,1831 | 1,1862 | 1,1925 | 1,1986 |
| 2 | 1,1212          | 1,1274 | 1,1336 | 1,1396 | 1,1458 | 1,1519 | 1,1581 | 1,1643 | 1,1673 | 1,1735 | 1,1795 |
| 3 | 1,1036          | 1,1097 | 1,1158 | 1,1218 | 1,1278 | 1,1338 | 1,1399 | 1,1460 | 1,1490 | 1,1551 | 1,1611 |
| 4 | 1,0866          | 1,0926 | 1,0986 | 1,1045 | 1,1105 | 1,1164 | 1,1224 | 1,1284 | 1,1313 | 1,1373 | 1,1432 |
| 0 | 1,0701          | 1,0760 | 1,0819 | 1,0877 | 1,0936 | 1,0994 | 1,1053 | 1,1112 | 1,1141 | 1,1200 | 1,1258 |
|   | 1,0540          | 1,0599 | 1,0657 | 1,0714 | 1,0772 | 1,0829 | 1,0887 | 1,0945 | 1,0974 | 1,1032 | 1,1059 |
|   | 1,0385          | 1,0442 | 1,0499 | 1,0556 | 1,0613 | 1,0669 | 1,0726 | 1,0784 | 1,0812 | 1,0869 | 1,0925 |
|   | 1,0309          | 1,0366 | 1,0423 | 1,0477 | 1,0535 | 1,0591 | 1,0648 | 1,0705 | 1,0733 | 1,0789 | 1,0846 |
|   | 1,0234          | 1,0291 | 1,0347 | 1,0402 | 1,0459 | 1,0514 | 1,0571 | 1,0627 | 1,0655 | 1,0712 | 1,0767 |
|   | 1,0087          | 1,0143 | 1,0198 | 1,0253 | 1,0309 | 1,0363 | 1,0419 | 1,0475 | 1,0502 | 1,0557 | 1,0612 |
| 0 | 0,9944          | 0,9999 | 1,0054 | 1,0108 | 1,0162 | 1,0216 | 1,0272 | 1,0326 | 1,0353 | 1,0407 | 1,0462 |
| 1 | 0,9806          | 0,9860 | 0,9914 | 0,9967 | 1,0021 | 1,0074 | 1,0128 | 1,0183 | 1,0209 | 1,0263 | 1,0316 |
| 3 | 0,9671          | 0,9725 | 0,9778 | 0,9830 | 0,9884 | 0,9936 | 0,9989 | 1,0043 | 1,0069 | 1,0122 | 1,0175 |
| 0 | 0,9605          | 0,9658 | 0,9711 | 0,9763 | 0,9816 | 0,9868 | 0,9921 | 0,9974 | 1,0000 | 1,0053 | 1,0105 |
| 2 | 0,9539          | 0,9592 | 0,9645 | 0,9696 | 0,9749 | 0,9800 | 0,9853 | 0,9906 | 0,9932 | 0,9985 | 1,0036 |
| 1 | 0,9475          | 0,9527 | 0,9579 | 0,9631 | 0,9683 | 0,9735 | 0,9787 | 0,9839 | 0,9865 | 0,9917 | 0,9968 |
| 3 | 0,9412          | 0,9464 | 0,9516 | 0,9566 | 0,9618 | 0,9669 | 0,9721 | 0,9773 | 0,9799 | 0,9851 | 0,9902 |
| 3 | 0,9349          | 0,9401 | 0,9453 | 0,9503 | 0,9555 | 0,9605 | 0,9657 | 0,9708 | 0,9734 | 0,9785 | 0,9836 |
| 0 | 0,9288          | 0,9339 | 0,9391 | 0,9440 | 0,9492 | 0,9542 | 0,9594 | 0,9645 | 0,9670 | 0,9723 | 0,9772 |

| I   | 2      | 3      | 4      | 5      | 6      | 7      | 8      | 9      | 10     | 11     | 12     |
|-----|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| +34 | 0,9167 | 0,9218 | 0,9268 | 0,9318 | 0,9368 | 0,9418 | 0,9468 | 0,9519 | 0,9544 | 0,9595 | 0,9644 |
| +38 | 0,9049 | 0,9099 | 0,9149 | 0,9198 | 0,9248 | 0,9297 | 0,9347 | 0,9397 | 0,9421 | 0,9471 | 0,9520 |