

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ
В ВОЗДУХЕ

Выпуск XVII

Москва, 1981 г.

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ
В ВОЗДУХЕ

Выпуск XVII

Москва, 1981 г.

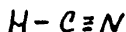
Сборник методических указаний составлен методической секцией по промышленно-санитарной химии при проблемной комиссии "Научные основы гигиены труда и профессиональной патологии".

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

Редакционная коллегия: В.Б.Дорогова, М.Д.Бабина,
В.Г.Овечкин, В.А.Хомутова, Г.В.Медведева

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Главного
государственного
санитарного врача СССР
А.И. ЗАЙЧЕНКО
"18" сентября 1961 г.
№ 2346/81

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
НА ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ
ЦИАНПЛАВА И ЦИАНИСТОГО ВОДОРОДА В ВОЗДУХЕ



М.в.27,03

Цианистый водород представляет собой бесцветную легкоподвижную, летучую жидкость характерным запахом горького миндаля с т.кип. 25,6°C, т.пл. 133°C. Упругость пара 647,9 мм рт.ст. при 21,4°C. Смешивается с водой, этиловым спиртом, бензолом, толуолом и диэтиловым эфиром.

Цианплав (черный цианид) представляет собой твердое вещество вероубного цвета со слабым запахом горького миндаля.

В состав цианплага входят 42-47% NaCN, до 50% CaO или $CaCl_2$ и непрореагировавшие CaC_2 и $CaCl_2$.

I. Общая часть

1. Определение основано на превращении цианистого водорода в хлоридан и определении последнего по образованию полиметинового красителя.

2. Предел обнаружения 0,24 мкг в анализируемом объеме раствора.

3. Предел обнаружения в воздухе 0,12 мг/м³ (расчетный).

4. Погрешность определения $\pm 20\%$.

5. Диапазон измеряемых концентраций 0,12-2,4 мг/м³.

6. Определению не мешают галогенопроизводные ароматического ряда, галогенопроизводные симм-триазины; хлористый водород, спирты, кетоны и органические кислоты. Хлористый и бромистый цианиды мешают определению.

7. Предельно-допустимая концентрация паров цианистого водорода в воздухе 0,3 мг/м³.

II. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые реактивы и растворы

Цианид калия, ч.д.а., МРТУ 6-09-3799-67.

Стандартный раствор № 1. Навеску цианида (60-70 мг) растворяют в 10 мл воды. Отбирают 2 мл раствора и титруют из микропипетки 0,05 н раствором азотнокислого серебра до появления не исчезающей муты цианида серебра. 1 мл 0,05 н раствора азотнокислого серебра соответствует 2,7 мг цианида калия (или 1,3 мг HCN). Раствор устойчив в течение 7 суток.

Стандартный раствор № 2, содержащий 2 мкг/мл цианида калия, готовят разбавлением водой стандартного раствора № 1. Стандартный раствор № 2 устойчив в течение суток.

Анилин, х.ч., ГОСТ 5819-51, перегнанный.

Натр едкий, х.ч., ГОСТ 4329-66, 0,05 н в растворе.

Уксусная кислота, х.ч., ГОСТ 61-65, ледяная.

Пиридин, х.ч., ГОСТ 2747-67, очищенный. Кипятят 1 час в колбе с обратным холодильником над кристаллической щелочью (на 100 мл пиридина 6-7 г щелочи), перегоняют, добавив кристаллической щелочи, и хранят фракцию в закрытой посуде в темном месте.

Хлороформ, х.ч., ГОСТ 3160-51.

Составной реактив. Смешивают анилин, пиридин и уксусную кислоту в соотношении 1:10:5. Употребляется свежеприготовленным.

Стандартный раствор хлороформа. Готовят раствор хлороформа в пиридине, содержащий 9 мкг/мл. Сохраняется в течение суток.

9. Применяемые посуда и приборы.

Аспирационное устройство.

Фильтродержатели.

Фильтры АФА-ХА-20.

Поглотительные приборы Зайцева.

Пробирки колориметрические, плоскодонные (120х15 мм).

Пипетки, ГОСТ 20292-74, емкостью 1 и 25 мл, с делениями на 0,1 мл.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 25-50 мл.

Воронки химические, ГОСТ 1770-74, на 50 мл.

Фотоэлектроколориметры ФЭК-56.

III. Отбор проб воздуха

10. а) Воздух со скоростью 3 л/мин протягивают через фильтр, помещенный в фильтродержатель. Для определения 1/2 предельно-допустимой концентрации цианида следует отобрать 11-12 литров воздуха.

б) Воздух со скоростью 0,5 л/мин протягивают через систему,

оостоящую из фильтра, помещенного в фильтродержатель, и поглотительного прибора Зайцева, наполненного 3 мл составного реактива. Для определения 1/2 предельно допустимой концентрации цианистого водорода следует отобрать 3-4 л воздуха.

Фильтр отбрасывают не анализируя, т.к. HCN на фильтре не задерживается.

IV. Описание определения

II. Фильтры с отобранными пробами помещают в стакан, обрабатывают дважды по 5 мл дистиллированной водой. Фильтры тщательно отжимают стеклянной палочкой. В случае необходимости растворы фильтруют. Для анализа берут 2,5 мл исследуемого раствора, приливают 3 мл составного реактива. Проводят контрольные опыты с чистыми фильтрами, их обрабатывают также, как исследуемые образцы.

Для определения HCN всю пробу из поглотительного прибора переносят в пробирку, поглотитель промывают 2,5 мл воды, которую сливают в ту же пробирку.

Через 15 мин окрашенные в желто-оранжевый цвет растворы проб цианплова и HCN фотометрируют при длине волны 480-495 нм в кивете с толщиной слоя 10 мм по сравнению с контролем, который готовят одновременно и аналогично пробам. Окрашенные растворы сохраняются в течение 3-4 часов.

Содержание цианплова и HCN в анализируемом объеме определяют по предварительно построенному калибровочному графику, для построения которого готовят шкалу стандартов согласно таблице 29.

Т а б л и ц а 29

ШКАЛА СТАНДАРТОВ

Номер стандарта	1	2	3	4	5	6	7	8
Стандартный р-р №2 цианида калия, мл	0	0,05	0,1	0,2	0,4	0,5	0,75	1
Вода, мл	1	0,95	0,9	0,8	0,6	0,5	0,25	0
Содержание HCN, мкг	0	0,1	0,2	0,4	0,8	1,0	1,5	2
Соответствующее содержание HCN, мкг	0	0,24	0,48	0,96	1,92	2,4	3,6	4,8

Вместо натуральной шкалы можно пользоваться искусственной шкалой (таблица), точно имитирующей окраску.

Из стандартного раствора, содержащего 9 мкг/мл хлороформа, отбирают 2 мл, приливают 0,5 мл 1 н раствора щелочи и нагревают смесь 1 мин на кипящей водяной бане. По охлаждению вносят 0,5 мл

ледяной уксусной кислоты, 0,1 мл анилина и разбавляют водой до 4 мл.

Т а б л и ц а 30

ИСКУССТВЕННАЯ ШКАЛА

Номер стандарта	1	2	3	4	5	6	7	8
Стандартный р-р хлороформа, мл	0	0,05	0,1	0,2	0,3	0,5	0,75	1,0
Составной реактив, мл	2	1,95	1,9	1,8	1,7	1,5	1,25	1,0
Вода, мл			до 4 мл					
Содержание HCN, мкг	0	0,1	0,2	0,4	0,6	1,0	1,5	2

Окрашенные в желто-оранжевый цвет растворы через 15 фотометрируют при длине волны 480-495 нм в кюветках с толщиной слоя 10 мм и строят калибровочный график. Шкала сохраняется в течение суток.

Концентрацию цианплага и цианистого водорода в мг/м^3 воздуха (x) вычисляют по формуле:

$$x = \frac{y \cdot V_i \cdot 1,64}{V \cdot V_{20}}, \text{ где}$$

y - количество цианплага или HCN, найденное в анализируемом объеме, мкг.

V_i - общий объем пробы, мл.

V - объем пробы, взятый для анализа, мл.

1,64 - коэффициент пересчета цианплага по HCN

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:

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

V_t - объем воздуха отобранный для анализа, л

P - барометрическое давление, кПа (101,33 кПа = 760 мм.рт.ст.)

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

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

°C	Д а в л е н и е P. кПа										
	97,33	97,86	98,40	98,93	99,46	100	100,53	101,06	101,33	101,86	102,40
-30	1.1582	1.1646	1.1709	1.1772	1.1836	1.1899	1.1963	1.2026	1.2058	1.2122	1.2185
-26	1.1393	1.1456	1.1519	1.1581	1.1644	1.1705	1.1768	1.1831	1.1862	1.1925	1.1986
-22	1.1212	1.1274	1.1336	1.1396	1.1458	1.1519	1.1581	1.1643	1.1673	1.1735	1.1795
-18	1.1036	1.1097	1.1158	1.1218	1.1278	1.1338	1.1399	1.1460	1.1490	1.1551	1.1611
-14	1.0866	1.0926	1.0986	1.1045	1.1105	1.1164	1.1224	1.1284	1.1313	1.1373	1.1432
-10	1.0701	1.0760	1.0819	1.0877	1.0936	1.0994	1.1053	1.1112	1.1141	1.1200	1.1258
-6	1.0540	1.0599	1.0657	1.0714	1.0772	1.0829	1.0887	1.0945	1.0974	1.1032	1.1089
-2	1.0385	1.0442	1.0499	1.0556	1.0613	1.0669	1.0726	1.0784	1.0812	1.0869	1.0925
0	1.0309	1.0366	1.0423	1.0477	1.0535	1.0591	1.0648	1.0705	1.0733	1.0789	1.0846
+2	1.0234	1.0291	1.0347	1.0402	1.0459	1.0514	1.0571	1.0627	1.0655	1.0712	1.0767
+6	1.0087	1.0143	1.0198	1.0253	1.0309	1.0363	1.0419	1.0475	1.0502	1.0557	1.0612
+10	0.9944	0.9999	1.0054	1.0108	1.0162	1.0216	1.0272	1.0326	1.0353	1.0407	1.0462
+14	0.9806	0.9860	0.9914	0.9967	1.0027	1.0074	1.0128	1.0183	1.0209	1.0263	1.0316
+18	0.9671	0.9725	0.9778	0.9830	0.9884	0.9936	0.9989	1.0043	1.0069	1.0122	1.0175
+20	0.9605	0.9658	0.9711	0.9763	0.9816	0.9868	0.9921	0.9974	1.0000	1.0053	1.0105
+22	0.9539	0.9592	0.9645	0.9696	0.9749	0.9800	0.9853	0.9906	0.9932	0.9985	1.0036
+24	0.9475	0.9527	0.9579	0.9631	0.9683	0.9735	0.9787	0.9839	0.9865	0.9917	0.9968
+26	0.9412	0.9464	0.9516	0.9566	0.9618	0.9669	0.9721	0.9773	0.9799	0.9851	0.9902
+28	0.9349	0.9401	0.9453	0.9503	0.9555	0.9605	0.9657	0.9708	0.9734	0.9785	0.9836
+30	0.9288	0.9339	0.9391	0.9440	0.9492	0.9542	0.9594	0.9645	0.9670	0.9723	0.9772
+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

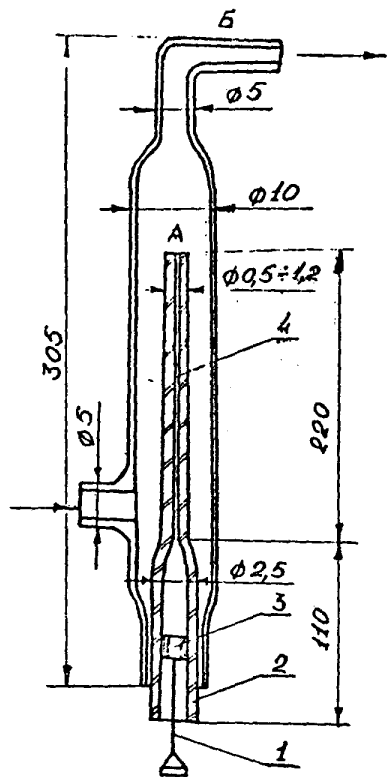


Рис.1. Установка для приготовления эталонных смесей с помощью диффузионного дозатора

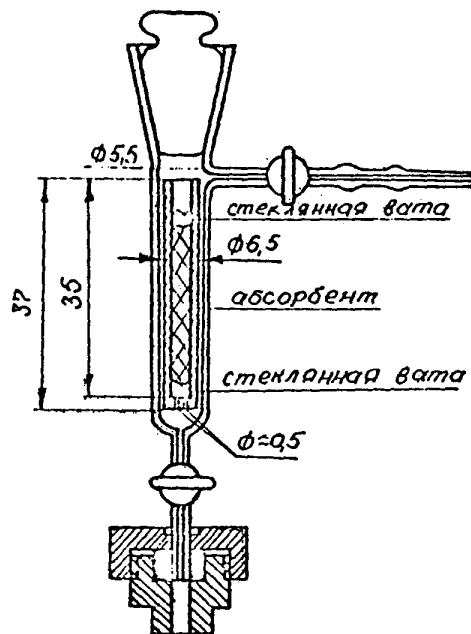


Рис.2. Устройство для ввода сконцентрированных в концентрате проб в хроматограф.

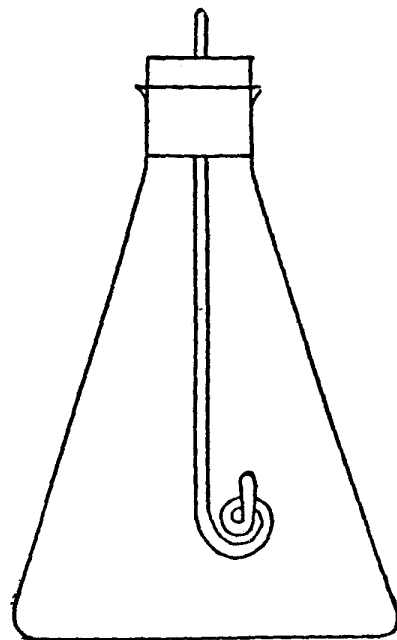


Рис.3. Колба для сжигания фильтров на определение содержания серы.

СПИСОК

институтов, представивших методики в
данный сборник

№ III	ВЕЩЕСТВО	Наименование института
I.	Амидопирин	Харьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
2.	Афутан	ВНИИ ГИНТОКС, г.Киев
3.	Бензантрон	Харьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
4.	Бензилпенициллин	ВНИИ антибиотиков, г.Москва
5.	Бензоксазолон	Московский медицинский институт
6.	Гексахлоробутадиен	ВНИИ противофиллоксерная станция, г.Одесса
7.	Двуокись рутения	I-й медицинский институт, г.Москва
8.	Дикрил и менид	ВНИИ Гинтокс, г.Киев
9.	Диметилдихлорвинилфосфат (ДДВФ)	ВНИИ химических средств защиты растений, г.Москва.
10.	Диметилдихлорвинилфосфат, -гексахлорциклогексан, дихлордифенилтрихлорэтан	Казанский институт охраны труда
11.	Диметилтерефталат, метилбензоат, метилтолулат, метиловый и п-толуиловый спирты, п-толуиловый альдегид, п-толуиловая кислота, п-ксилол и дитолилметан	Ангарский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
12.	Диметилцианамид	Университет дружбы народов им.П.Лумумбы.
13.	I,3 - дихлорпропилен	Новосиби́рский санитарный институт.
14.	3,4 - дихлорпропионамид	Горьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний, ВНИИ хим.средств защиты растений.
15.	Дурсбан	ВНИИ Гинтокс, г.Киев
16.	Зоокумарин	Тбилисский институт гигиены труда и профзаболеваний.
17.	Лассо СР-52223, суффис	ВНИИ Гинтокс, г.Киев

1	2	3
18. Малоран	ВНИИ ГИНТОКС, г. Киев	
19. Метанол в присутствии формальдегида	Новосибирский санитарный институт	
20. Метилизобутилкетон	Уфимский институт гигиены труда и профзаболеваний	
21. Окись, гидроокись стронция	1-й Медицинский институт, г. Москва	
22. 2,3-оксинафтойная кислота	Харьковский институт гигиены труда и профзаболеваний	
23. Олеандомицин	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г. Москва	
24. Сулмарное содержание парафиновых углеводородов $C_{11} - C_{10}$ и ароматических углеводородов	ВНИИ углеводородного сырья, г. Казань	
25. Пентахлорацетофенон	Львовский медицинский институт	
26. Пиримор	Киевский институт гигиены труда и профзаболеваний	
27. Рикцид	ВНИИ ГИНТОКС, г. Киев	
28. Сероокись	Волгоградская СЭС	
29. Сера	Свердловский институт гигиены труда и профзаболеваний	
30. Смолистые вещества	То же	
31. Тачигарен	ВНИИ ГИНТОКС, г. Киев	
32. Топсин НФ-35 и НФ	То же	
33. Трехбромистый бор	Новосибирский санитарный институт	
34. 1-фенил, 4-5 дижорширидазон	Уфимский институт гигиены труда и профзаболеваний	
35. 4-фенилендималеимид	Гор. СЭС, г. Москва	
36. Фенозон и дижлорпиридазон	ВНИИ хим. средств защиты растений, г. Москва	
37. Фталан	Тбилисский институт гигиены труда и профзаболеваний	
38. Фтористый алюминий	ЦИУВ Кафедра промгигиены, г. Москва	
39. Фторотан, ингалан, диэтиловый эфир, этиловый спирт	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г. Москва	
40. 6-хлорбензоксазолон и хлористил - 6-хлорбензоксазолон	Львовский медицинский институт	
41. 1-хлор - 2 этилгексан	Гор. СЭС, г. Москва	
42. Цианид и цианистый водород	Тбилисский институт гигиены труда и профзаболеваний	
43. Цинк и кадмий	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г. Москва	

СОДЕРЖАНИЕ

стр.

I. Методические указания на колориметрическое определение амидопирина в воздухе	3
2. Методические указания на хроматографическое определение афугана в воздухе	6
3. Методические указания на фотометрическое определение бензантрена в воздухе	9
4. Методические указания на фотометрическое определение бензилпенициллина в воздухе	12
5. Методические указания на спектрофотометрическое определение бензоксазолона в воздухе	16
6. Методические указания на хроматографическое определение гексахлорбутадиена в воздухе.....	19
7. Методические указания на фотометрическое определение двуокиси рутения в воздухе	22
8. Методические указания на хроматографическое определение дикрилла и менида в воздухе	25
9. Методические указания на газохроматографическое определение диметилдихлорвинилфосфата в воздухе.....	29
10. Методические указания на газохроматографическое определение диметилдихлорвинилфосфата, γ - гексахлорциклогексана и дихлордифенилтрихлорэтана в воздухе	33
II. Методические указания на газохроматографическое определение диметилтерефталата, метилацетата, метилбензоата, метилтолулата, метилового и п-толуилового спиртов, п-толуилового альдегида, п-толуидовой кислоты, п-ксилола и дитоллиметана в воздухе	37
12. Методические указания на фотометрическое определение диметилпиперамида в воздухе	42
13. Методические указания на газохроматографическое определение I-3 - дихлорпропилена в воздухе	45
14. Методические указания на газохроматографическое определение 3,4 - дихлорпропионамида в воздухе.....	49
15. Методические указания на газохроматографическое определение дурсбана в воздухе	52

16. Методические указания на хроматографическое определение зоокумарина в воздухе	55
17. Методические указания на спектрофотометрическое определение лиссо, CP-5224 сульфидов в воздухе	59
18. Методические указания на хроматографическое определение малорана в воздухе	62
19. Методические указания на газохроматографическое определение малорана в воздухе	65
20. Методические указания на фотометрическое определение метанола в присутствии формальдегида в воздухе	68
21. Методические указания на хроматографическое определение метилизобутилкетона в воздухе	73
22. Методические указания на спектральное определение оксидов и гидроксидов стронция в воздухе	77
23. Методические указания на фотометрическое определение 2,3-оксинафтойной кислоты в воздухе	80
24. Методические указания на фотометрическое определение олеандриновой кислоты в воздухе	83
25. Методические указания на газохроматографическое определение суммарного содержания парафиновых углеводородов $C_1 - C_{10}$ и ароматических углеводородов в воздухе	86
26. Методические указания на хроматографическое определение пентахлорацетона в воздухе	91
27. Методические указания на спектрофотометрическое определение пиримидина в воздухе	94
28. Методические указания на хроматографическое определение ртуть в воздухе	97
29. Методические указания на газохроматографическое определение сероокиси в воздухе	100
30. Методические указания на фотометрическое определение серы в воздухе	103
31. Методические указания на флуоресцентное определение смолистых веществ в воздухе	106
32. Методические указания на хроматографическое определение табачного дыма в воздухе	109
33. Методические указания на хроматографическое определение токсичных ИФ-35 и ИФ-44 в воздухе	112
34. Методические указания на фотометрическое определение трехбромистого бора и продуктов его разложения в воздухе	115

35. Методические указания на фотометрическое определение I-фенил, 4-5-дихлорпиридазона - в воздухе.....	119
36. Методические указания на фотометрическое определение м-фенилендималеимида в воздухе.....	122
37. Методические указания на газохроматографическое определение феназона и дихлорпиридазона в воздухе	126
38. Методические указания на фотометрическое определение фталана в воздухе	130
39. Методические указания на фотометрическое определение фтористого алюминия в воздухе	133
40. Методические указания на газохроматографическое определение фторотана, ингалана, диэтилового эфира и этилового спирта в воздухе	136
41. Методические указания на спектрофотометрическое определение 6-хлорбензксасолона и хлорметил-6-хлорбензксасолона в воздухе.....	140
42. Методические указания на фотометрическое определение I - хлор - 2 этил-гексана в воздухе.....	143
43. Методические указания на фотометрическое определение цианплав и цианистого водорода в воздухе	146
44. Методические указания на полярографическое определение цинка и кадмия в воздухе	150
45. Приложение I. Приведение объема воздуха к стандартным условиям	153
46. Приложение 2. Таблица коэффициентов для различных температур и давления	154
47. Приложение 3. Рисунки.....	155
48. Приложение 4. Список институтов, представивших Методики	156