

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

---

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ  
В ВОЗДУХЕ**

**Выпуск XIX**

Москва, 1984 г.

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕЙ В ВОЗДУХЕ

Москва, 1963 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.

### ВЫПУСК XIX

Редакционная коллегия: Кузьминых А.И., Македонская Р.Н.,  
Овечкин В.Г.

Л-79263 от 28.10.83г. Зав. 1943 Тир. 1000

Типография Министерства Здравоохранения СССР.

## УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного  
государственного  
санитарного врача СССР

*А.И.ЗАЙЧЕНКО*  
"06" *сентябрь 83* 1983 г.  
*№ 2947-83*

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ ЦИАНИСТГО ВОДОРОДА  
В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ<sup>x</sup>

$$H - C \equiv N$$

$$M = 27,03$$

Цианистый водород (цинильная кислота) – бесцветная, легко подвижная, весьма летучая жидкость с запахом горького миндаля. Хорошо растворим в воде и органических растворителях. Т.кип. 25,5<sup>0</sup>С т.пл. -14<sup>0</sup>С. Упругость паров при 21,4<sup>0</sup>С равна 647,9 мм рт.ст.

В воздухе может присутствовать в виде паров.

#### I. Характеристика метода

Определение основано на реакции цианид-ионов с хлорамином Т и фотометрическом определении окрашенного продукта взаимодействия образующегося хлорциана с пиридином и барбитуровой кислотой.

Отбор проб проводится с концентрированием в 0,1 н раствор гидроокиси натрия.

Предел измерения – 0,1 мкг в анализируемом объеме пробы.

Предел измерения в воздухе – 0,15 мг/м<sup>3</sup>(при отборе 1 л воздуха)

<sup>x</sup> Методические указания по определению цианистого водорода и циан-плава в воздухе, опубликованные в I7 выпуске МУ (1981 г., с.146) – недействительны, так как в методике имеются существенные ошибки (отсутствуют условия переведения HCN в хлорциан, неправильно рассчитана концентрация HCN при титровании раствора цианида калия раствором нитрата серебра, допущена ошибка в расчете предела обнаружения HCN и др.).

Диапазон измеряемых концентраций: от 0,15 до 1,5 мг/м<sup>3</sup>.

Граница суммарной погрешности измерения не превышает  $\pm 25\%$ .

Определение мешают роданиды.

Предельно допустимая концентрация цианистого водорода в воздухе - 0,3 мг/м<sup>3</sup>.

## 2.Реактивы, растворы и материалы

Аммоний роданистый, 0,1 н раствор. Готовят из фиксанала роданида аммония. 1 мл этого раствора соответствует 5,81 мг CNS или 2,7 мг HCN. Раствор устойчив в течение недели.

Стандартный раствор №1 с концентрацией HCN 100 мкг/мл готовят разбавлением 3,7 мл 0,1 н раствора роданида аммония до 100 мл водой.

Стандартный раствор №2 с концентрацией HCN 1 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора №1 водой. Растворы применяют свежеприготовленными.

Натрия гидроокись, ГОСТ 4328-77, хч, 0,1 н раствор.

Кислота барбитуровая, ВТУ РУ 794-53.

Кислота соляная, ГОСТ 3118-77, хч, уд.веса I,I9.

Кислота серная, ГОСТ 4204-77, хч, I н раствор.

Пиридин, ГОСТ 43647-78, высущенный над гидроокисью калия и перегнанный.

Хлорамин Т или хлорамин Б, 1%-ный водный раствор, свежеприготовленный.

Железо хлорное, ГОСТ 4147-74, 0,1%-ный раствор свежеприготовленный.

Составной пиридин-барбитуровый реагент: в мерную колбу емкостью 50 мл вносят 1,5 г барбитуровой кислоты и небольшое количество воды, добавляют 7,5 мл пиридина, 1,5 мл соляной кислоты, доводят водой до метки и энергично встряхивают до получения прозрачного раствора. Раствор устойчив в течение недели при хранении в холодильнике.

### 3. Приборы и посуда

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Аспирационное устройство.

Поглотительные приборы Полежаева, Рыхтера или с пористой пластинкой.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 50, 100 и 1000 мл.

Пипетки, ГОСТ 20292-74, емкостью 1, 2, 5 и 10 мл.

Пробирки колориметрические из бесцветного стекла с пришлифованными пробками, высотой 150 мм и внутренним диаметром 15 мм.

### 4. Проведение измерения

#### Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 0,5 л/мин аспирируют через поглотительный прибор, содержащий 5 мл 0,1 н раствора едкого натра. Для определения I/2 ПДК необходимо отобрать 1 л воздуха.

#### Условия анализа

В колориметрическую пробирку отбирают 3,5 мл исследуемого раствора, добавляют 0,35 мл 1 н раствора серной кислоты и 0,2 мл 1%-ного раствора хлорамина Т. Содержимое пробирок перемешивают и спустя 1 мин добавляют 1 мл пиридин-барбитурового реактива. Через 20 мин фотометрируют при длине волны 584 нм при толщине слоя 3 мм по сравнению с контролем, который готовят одновременно и аналогично пробам. Содержание HCN в анализируемом объеме пробы определяют по предварительно построенному градуировочному графику, для построения которого готовят шкалу стандартов согласно таблице 24.

Во все пробирки шкалы добавляют по 0,1 мл 0,1%-ного раствора хлорного железа, 0,2 мл раствора хлорамина Т и по 1 мл составного реактива. Содержимое пробирок тщательно перемешивают и через 20 мин фотометрируют аналогично пробам. Шкала устойчива в течение 30 мин.

Таблица 24

## Шкала стандартов

Номер стандарта	1	2	3	4	5	6	7
Стандартный раствор, №2, мл	0	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0
Вода дистиллированная, мл	3,75	3,65	3,55	3,35	3,15	2,95	2,75
Содержание HCN , мкг	0	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0

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

$$X = \frac{G' \cdot V'}{V \cdot V_{20}'};$$

где:  $G'$  - количество HCN', найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;

$V'$  - объем пробы, взятый для анализа, мл;

$V'$  - общий объем пробы, мл;

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

## Приложение I

Приведение объема воздуха к стандартным условиям проводят по следующей формуле:

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

где:  $V_t$  - объем воздуха, отобранный для анализа, л.

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

$t^{\circ}$  - температура воздуха в месте отбора пробы,  $^{\circ}\text{C}$

Для удобства расчета  $V_{20}$  следует пользоваться таблицей коэффициентов (приложение 2). Для приведения объема воздуха к стандартным условиям надо умножить  $V_t$  на соответствующий коэффициент.

## Приложение 2

## КОЭФФИЦИЕНТЫ

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

° C	Давление Р, кПа										
	97,33	97,86	98,40	98,93	99,46	100	100,53	101,06	101,33	101,86	102,40
-30	I.I582	I.I646	I.I709	I.I772	I.I836	I.I899	I.I963	I.2026	I.2058	I.2122	I.2185
-26	I.I393	I.I456	I.I519	I.I581	I.I644	I.I705	I.I768	I.I831	I.I862	I.I925	I.I986
-22	I.I212	I.I274	I.I336	I.I396	I.I458	I.I519	I.I581	I.I643	I.I673	I.I735	I.I795
-18	I.I036	I.I097	I.II58	I.I278	I.I278	I.I338	I.I399	I.I460	I.I490	I.I551	I.I611
-14	I.0866	I.0926	I.0986	I.I045	I.II05	I.II64	I.I224	I.I284	I.I313	I.I373	I.I432
-10	I.0701	I.0760	I.0819	I.0877	I.0936	I.0994	I.I053	I.III2	I.II41	I.I200	I.I258
-6	I.0540	I.0599	I.0657	I.0714	I.0772	I.0829	I.0887	I.0945	I.0974	I.I032	I.I089
-2	I.0385	I.0442	I.0499	I.0556	I.0613	I.0669	I.0726	I.0784	I.0812	I.0869	I.0925
0	I.0309	I.0366	I.0423	I.0477	I.0535	I.0591	I.0648	I.0705	I.0733	I.0789	I.0846
+2	I.0234	I.0291	I.0347	I.0402	I.0459	I.0514	I.0571	I.0627	I.0655	I.0712	I.0767
+6	I.0087	I.0143	I.0198	I.0253	I.0309	I.0363	I.0419	I.0475	I.0502	I.0557	I.0612
+10	0.9944	0.9999	I.0054	I.0108	I.0162	I.0216	I.0272	I.0326	I.0353	I.0407	I.0462
+14	0.9806	0.9860	0.9914	0.9967	I.0027	I.0074	I.0128	I.0183	I.0209	I.0263	I.0316
+18	0.9671	0.9725	0.9778	0.9830	0.9884	0.9936	0.9989	I.0043	I.0069	I.0122	I.0175
+20	0.9605	0.9658	0.9711	0.9763	0.9816	0.9868	0.9921	0.9974	I.0000	I.0053	I.0105
+22	0.9539	0.9592	0.9645	0.9696	0.9749	0.9800	0.9853	0.9906	0.9932	0.9985	I.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

## Приложение 3

**Вещества, определяемые по ранее утвержденным  
и опубликованным Методическим Указаниям**

# пп	Наименование вещества	Опубликованные МУ
1.	Полиоксиамид	ТУ на метод определения пыль в воздухе промышленных предприятий. Выпуск IV, 1965 г., стр.165.
2.	Полибензоксазол	- " -
3.	Сополимер стирола и метилметакрилата (Инкар-27)	- " -
4.	Сополимер бутилакрилата, стирола, метилметакрилата, аллилметакрилата (Инкар-27а)	- " -
5.	Сополимер винилхлорида, винилацетата и винилового спирта (А-150М)	- " -
6.	Поликсадиазол (ПОД-2)	- " -
7.	Сополимер винилхлорида и метилакрилата МА-20	- " -
8.	Летучие вещества, выделяющиеся при вулканизации шинной резины (по сумме аминов)	ТУ на метод определения фенил- <i>β</i> -нафтиламина. Выпуск УП, 1971 г. стр.60.

## Приложение 4

**Перечень  
учреждений, представивших методические указания  
в данный сборник**

<b>Методические указания</b>	<b>Учреждение, представившее методическое указание</b>
Фотометрическое определение адипиновой и себациновой кислот	Институт гигиены им. Ф.Ф.Эрисмана
Фотометрическое определение бутилнитрита	Университет дружбы народов им.П.Лумумбы
Газохроматографическое определение винилглицидилового эфира этиленгликоля (винилокса)	Ангарский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Поляграфическое определение вольфрама	ВЦНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
Газохроматографическое определение диэтилентриамина, этилендиамина, триэтилентетраамина	Уфимский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Поляграфическое определение диэтилтеттурида	ЦИУВ, кафедра промгигиены г.Москва
Фотометрическое определение ди(2-этилгексил)фенилfosфата и дифенил(2-этилгексил)fosфата	Институт гигиены им. Ф.Ф.Эрисмана
Фотометрическое определение 3,4-диметокси-фенилацетонитрила (гомонитрила)	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР. г.Москва - " -
Фотометрическое определение 3,4-диметоксибензилхлорида	Одесский медицинский институт
Фотометрическое определение 2,3-дибром-2-бутен-1,4-диола	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г."Москва
Фотометрическое определение 1,2-диметоксибензола (вератрола)	Белорусский санитарно-гигиенический институт
Газохроматографическое определение дибутилсебацинаты	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
Газохроматографическое определение дибутилфталата, диоктилфталата, дибутилсебацинаты и диоктиладипината	ГОСНИИ ХЛОРИПРОЕКТ, г.Киев
Газохроматографическое определение изопропилхлорекса	Уфимский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение кетоэфира	

1	2
Газохроматографическое определение компонентов бензометанольной смеси (метанол, изобутанол, углеводороды)	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
Хроматографическое определение каторана	Ташкентский медицинский институт
Фотометрическое определение канифоли	Ангарский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение летучих жирных кислот	- " -
Спектрофотометрическое определение масляного аэрозоля	ВНИИГ, г.Москва
Полярографическое определение марганца и железа	ВДНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
Полярографическое определение меди	- " -
Газохроматографическое определение метанола из бензометанольной смеси	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
Фотометрическое определение метурина	Университет дружбы народов им.П.Лумумбы
Полярографическое определение молибдена	ВДНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
Газохроматографическое определение метилового, этилового, изопропилового, н-пропилового, н-бутилового, втор-бутилового и изобутилового спиртов	- " -
Газохроматографическое определение 3-нитро-4-хлорбензотрифторида	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
Газохроматографическое определение норборнен <sup>g</sup> и норбарнадиена	- " -
Газохроматографическое определение окиси углерода	Казанское пуско-наладочное управление инженерно-производственного треста "Оргнефтехимзаводы"
Полярографическое определение свинца, олова, меди и кадмия при совместном присутствии	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
Спектрофотометрическое определение стиromалла	Ангарский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение тетраэтилсвинца	- " -

I	2
Поляграфическое определение титана	ВЦНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
Фотометрическое определение тиодифениламина	Донецкий НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение третичных жирных аминов и аминоспиртов (триэтиламина,диметилэтаноламина,диэтилэтаноламина,триэтаноламина)	- " -
Фотометрическое определение трифторметилфенилмочевины	Университет дружбы народов им.П.Лумумбы
Хроматографическое определение фенурона	- " -
Фотометрическое определение фенилметилмочевины	- " -
Фотометрическое определение хлористого натрия	Донецкий НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Хроматографическое определение хлорэндикового ангидрида	ВНИИ ГИНТОКС, г.Киев
Поляграфическое определение хрома (VI и III)	ВЦНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
Фотометрическое определение цианистого водорода	Ленинградский НИИ гигиени труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение этилена,пропилена и ацетальдегида	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР г.Москва

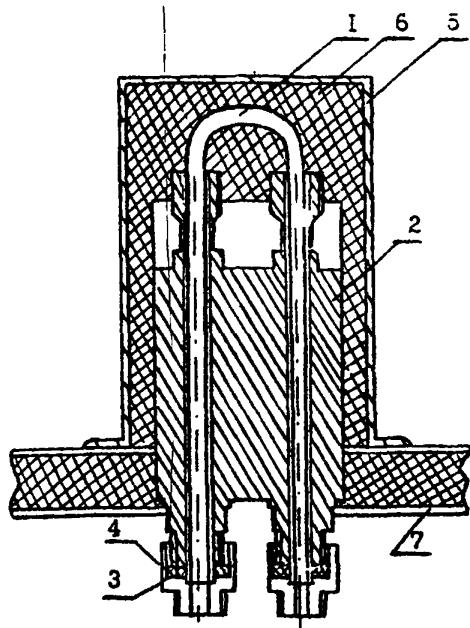


Рис.1. Общий вид установки реактора в испаритель.  
 1 - реактор, 2 - испаритель, 3 - букса,  
 4 - штуцер, 5 - кожух испарителя,  
 6 - шлаковата, 7 - крышка блока анализа-

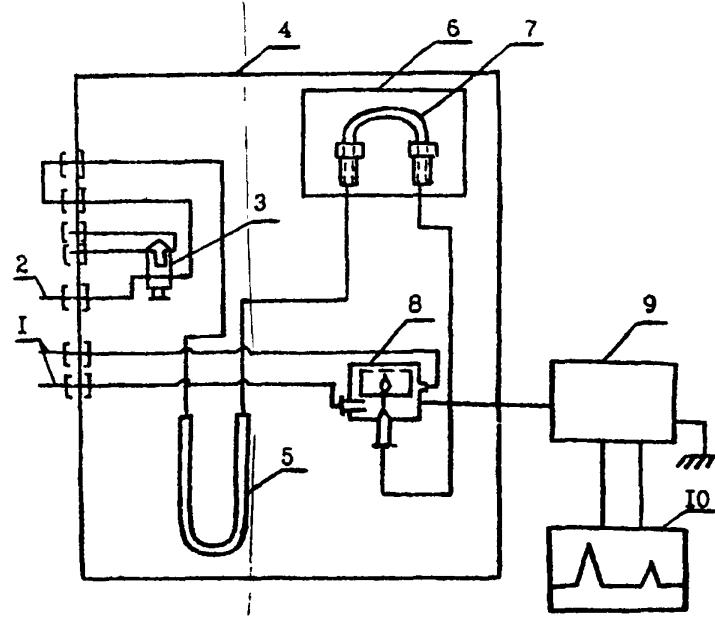


Рис.2. Схема подключения реактора.  
 1 - подача воздуха, 2 - подача водорода,  
 3 - кран-дозатор, 4 - блок анализатора,  
 5 - хроматографическая колонка, 6 - кожух  
 с теплоизоляционным материалом, 7 - реактор,  
 8 - детектор, 9 - усилитель, 10 - потенциометр.

## СОДЕРЖАНИЕ

	стр.
Фотометрическое определение адипиновой и себациновой кислот.....	3
Фотометрическое определение бутилнитрита.....	7
Газохроматографическое определение винилглицидилового эфира этиленгликоля (винилокса).....	10
Полярографическое определение вольфрама.....	13
Газохроматографическое определение диэтилентриамина, этилендиамина, триэтилентетрамина.....	17
Полярографическое определение диэтилтеллурида.....	21
Фотометрическое определение ди(2-этилгексил)фенилfosфата и дифенил(2-этилгексил)fosфата.....	25
Фотометрическое определение 3,4-диметоксифенилацетонитрила (гомонитрила).....	30
Фотометрическое определение 3,4-диметоксибензилхлорида..	34
Фотометрическое определение 2,3-дibром-2-бутен-1,4-диола.....	37
Фотометрическое определение 1,2-диметоксибензола (вератрола).....	40
Газохроматографическое определение дибутилсебацината....	43
Газохроматографическое определение дибутилфталата, диоктилфталата, дибутилсебацината и диоктиладипината.....	47
Газохроматографическое определение изопропилхлорекса....	52
Газохроматографическое определение кетозифира.....	55
Газохроматографическое определение компонентов бензометанольной смеси (метанол, изобутанол, углеводороды)....	60
Хроматографическое определение каторана.....	65
Фотометрическое определение канифоли.....	69
Газохроматографическое определение летучих жирных кислот.....	72
Спектрофотометрическое определение масляного аэрозоля...	76

	стр.
Полярографическое определение марганца и железа.....	80
Полярографическое определение меди.....	86
Газохроматографическое определение метанола из бензо- метанольной смеси.....	90
Фотометрическое определение метурина.....	93
Полярографическое определение молибдена.....	97
Газохроматографическое определение метилового, этилового, изопропилового, н-пропилового, н-бутилового, втор-бутило- вого и изобутилового спиртов.....	102
Газохроматографическое определение 3-нитро-4-хлорбензо- трифторида.....	106
Газохроматографическое определение норборнена и нор- борнадиена.....	109
Газохроматографическое определение окиси углерода.....	113
Полярографическое определение свинца, олова, меди и кадмия при совместном присутствии.....	117
Спектрофотометрическое определение стиромоли.....	122
Газохроматографическое определение тетраэтилсвинцида.....	125
Полярографическое определение титана.....	129
Фотометрическое определение тиодифениламина.....	134
Фотометрическое определение третичных азирных аминов и аминоспиртов (триэтиламина, диметилэтаноламина, диэтил- этаноламина, триэтаноламина).....	137
Фотометрическое определение трифторметилфениламочевины...	142
Хроматографическое определение фенурона.....	145
Фотометрическое определение фенилметиламочевины.....	150
Фотометрическое определение хлористого натрия.....	153
Хроматографическое определение хлорендикиового ангидрида.	156
Полярографическое определение хрома (VI и III).....	161
Фотометрическое определение цианистого водорода.....	167
Газохроматографическое определение этилена, пропилена и ацетальдегида.....	171