

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
"10.04. - А.И. ЗАМЧЕНКО
"СанПиН" 1983 г.
№ 2839-83

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ 3,4-ДИМЕТОКСИ-
БЕНЗИЛАЦЕТОНИТРИЛА (гомонитрила) В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



Гомонитрил (3,4-диметоксифенилацетонитрил, 3,4-диметокси-бензилцианид) – кристаллический порошок со слабым характерным запахом; т.пл. 65–68°C, т.кип. 135–140°C при 1 мм рт.ст. Хорошо растворим в органических растворителях, хуже в петролейном эфире, в воде нерастворим.

I. Характеристика метода

Определение основано на щелочном гидролизе гомонитрила и образовании окрашенного соединения при взаимодействии продукта гидролиза с натриево-салicyловым реагентом в присутствии гипохлорита натрия.

Отбор проб проводится с концентрированием на фильтр или в этиловый спирт.

Предел измерения – 5 мкг в анализируемом объеме пробы.

Предел измерения в воздухе – 0,25 мг/м³ (при отборе 30 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций: 0,25 – 5,3 мг/м³.

Определению не мешают 3,4-диметоксibenзилхлорид, вератрол (при содержаниях в пробе до 500 мкг).

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

Ориентировочно безопасный уровень воздействия гомонитрила - 0,5 мг/м³.

2. Реактивы, растворы и материалы

Гомонитрил, хч.

Стандартный раствор гомонитрила с концентрацией 100 мкг/мл готовят растворением 10 мг вещества в 100 мл 50%-ного раствора этилового спирта. Раствор устойчив в течение 2-х недель.

Спирт этиловый, ГОСТ 5963-67, ректификат, 50%-ный раствор.

Натрия гидроокись, ГОСТ 4328-77, 40%-ный раствор.

Натрий салициловокислый, ГОСТ I7628-72.

Натрий нитропруссидный, чда.

Натриево-салициловый реагент. К 45 г салицилата натрия прибавляют 50 мг нитропруссида натрия, предварительно хорошо растворенного в ступке с 73 мл дистиллированной воды. Раствор сохраняют в темноте в полиэтиленовом сосуде (устойчив 5 месяцев).

Гипохлорит натрия. Растворяют 16 г едкого натра в 100 мл 0,5%-ного раствора хлорной извести (в пересчете на активный хлор).

Раствор хлорной извести с содержанием активного хлора 0,5%. Готовят тщательным перемешиванием 6 г хлорной извести с 25 мл дистиллированной воды. После отстаивания мутного раствора жидкость сливает с осадка, отфильтровывают и определяют содержание хлора иодометрически. Соответствующим разбавлением готовят 0,5%-ный раствор.

Фильтры АФЛ-ВП-10.

3. Приборы и посуда

Спектрофотометр или фотозелектроколориметр.

Аспирационное устройство.

Фильтродержатели.

Поглотительные приборы с пористой пластинкой.

Пробирки из бесцветного стекла с воздушными холодильниками.

Колбы мерные, ГОСТ I770-74, ёмкостью 25 и 100 мл.

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

Колбы конические, емкостью 50 и 100 мл.

4. Проведение измерения

Условия отбора проб воздуха

Воздух аспирируют со скоростью 1,0 л/мин через два последовательно соединенных поглотительных прибора, содержащих по 4 мл 50%-ного раствора этилового спирта. В процессе отбора пробы поглотительные приборы охлаждают льдом. Для определения I/2 ОБУВ необходимо отобрать 30 л воздуха. Срок хранения проб 4 суток.

Для поглощения аэрозоля гомонитрила воздух со скоростью 5-10 л/мин аспирируют через фильтр АФЛ-ВП-10, укрепленный в фильтроодержателе. Для определения I/2 ОБУВ необходимо отобрать 70 л воздуха.

Условия анализа

Фильтр с отобранной пробой переносят в стакан, обрабатывают раствором этилового спирта дважды порциями по 5 мл.

По 3 мл пробы из каждого поглотительного прибора или раствора после обработки фильтра вносят в пробирки с воздушными холодильниками. Добавляют по 0,5 мл 40%-ного раствора едкого натра и нагревают на водяной бане при 30-35°C в течение 1 часа. По охлаждении вносят по 0,2 мл натримево-салцилолового реагтива и по 0,2 мл раствора гипохлорита натрия. Содержимое пробирок перемешивают после добавления каждого реагтива. Через 30 мин измеряют оптические плотности окрашенных растворов при длине волны 650 нм в погете с толщиной слоя 10 мм по сравнению с контролем, который готовят одновременно с аналогично пробами. Содержание гомонитрила в анализируемом объеме пробы находят по предварительно построенному градуировочному графику, для построения которого готовят шкалу стандартов согласно таблице 5. Все пробирки шкалы обрабатывают аналогично пробам, измеряют оптические плотности и строят график. Шкала устойчива в течение 2-х часов.

Таблица 5

Шкала стандартов

Номер стандарта	I	2	3	4	5	6	7	8
Стандартный раствор, мл	0	0,05	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0
Этиловый спирт, 50%-ный раствор, мл	3	2,95	2,9	2,8	2,6	2,4	2,2	2,0
Содержание гомонитрила, мкг	0	5	10	20	40	60	80	100

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

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

где: G – количество гомонитрила, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;
 V – общий объем пробы, мл;
 V – объем пробы, взятый для анализа, 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° - 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**

Методические указания	Учреждение, представившее методическое указание
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 ^g 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

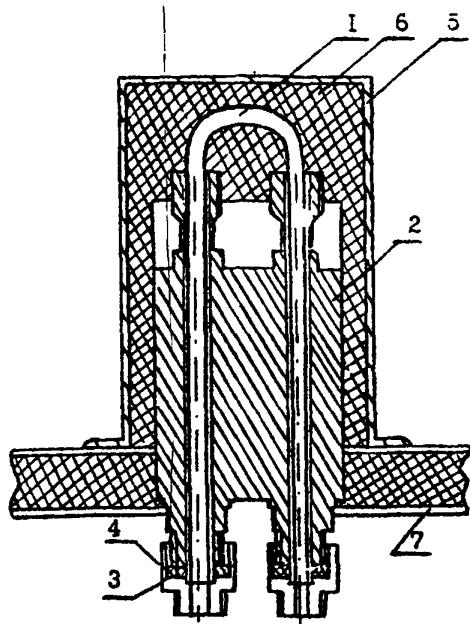


Рис.1. Общий вид установки реактора в испаритель.
1 - реактор, 2 - испаритель, 3 - букса,
4 - штуцер, 5 - кожух испарителя,
6 - шлаковата, 7 - крышка блока анализа-

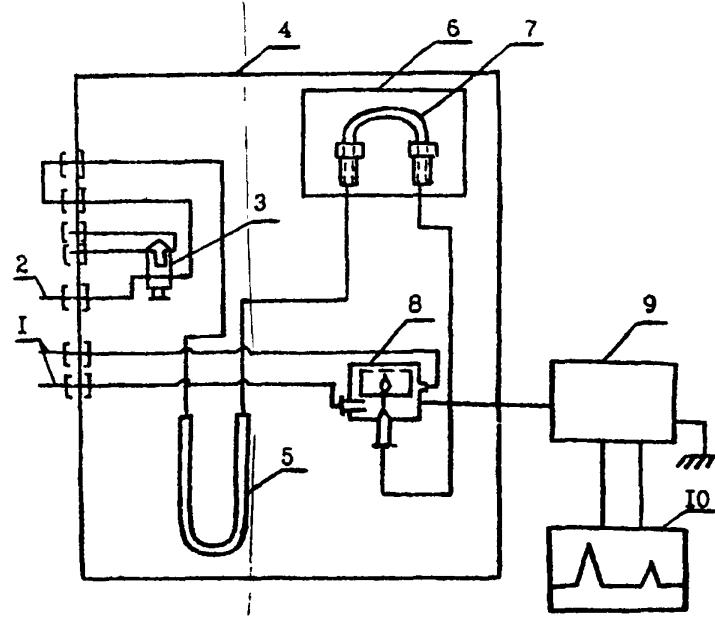


Рис.2. Схема подключения реактора.
1 - подача воздуха, 2 - подача водорода,
3 - кран-дозатор, 4 - блок анализатора,
5 - хроматографическая колонка, 6 - кожух
с теплоизоляционным материалом, 7 - реактор,
8 - детектор, 9 - усилитель, 10 - потенциометр.

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