МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

# МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

## ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

Выпуск XVII

Москва, 1981 г.

gost.e-ecolog.ru

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.ЗАИЧЕНКО
"16" апреля 1981 г.
№ 2346-81

# МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЦИАНПЛАВА И ЦИАНИСТОГО ВОДОРОДА В ВОЗДУХЕ

$H-C\equiv N$

М.в.27,03

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

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

В состав цианплава входят 42–47% $Na\,CN$, до 50% CaO или $CaCl_2$ и непрореагировавшие $CaC_2$ и $CaCl_2$.

## I. Общая часть

I. Определение основано на превращении цианистого водорода в хлорциан и определении последнего по образованию полиметинового красителя.

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

3. Предел обнаружения в воздухе 0,I2 мг/м$^3$ (расчетный).

4. Погрешность определения ±20%.

5. Диапазон измеряемых концентраций 0,I2–2,4 мг/м$^3$.

6. Определению не мешают галогенопроизводные ароматического ряда, галогенопроизводные симм-триазина; 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/м$^3$.

## II. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые реактивы и растворы

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

Стандартный раствор № I. 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 неисчезающей мути цианида серебра. I 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 № I. Стандартный раствор № 2 устойчив в течение суток.

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

Натр едкий, х.ч., ГОСТ 4329-66, 0,05 и 1н растворы.

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 1 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 цианплава следует отобрать 11-12 литров воздуха.

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

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

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

## IУ. 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 I5 мин окрашенные в желто-оранжевый цвет растворы проб цианплава и HCN фотометрируют при длине волны 480–495 нм в кювете с толщиной слоя I0 мм по сравнению с контролем, который готовят одновременно и аналогично пробам. Окрашенные растворы сохраняются в течение 3–4 часов.

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

Таблица 29

ШКАЛА СТАНДАРТОВ

| Номер стандарта | I | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Стандартный р-р №2 цианида калия, мл | 0 | 0,05 | 0,I | 0,2 | 0,4 | 0,5 | 0,75 | I |
| Вода, мл | I | 0,95 | 0,9 | 0,8 | 0,6 | 0,5 | 0,25 | 0 |
| Содержание KCN, мкг | 0 | 0,I | 0,2 | 0,4 | 0,8 | I,0 | I,5 | 2 |
| Соответствующее содержание HCN, мкг | 0 | 0,24 | 0,48 | 0,96 | I,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 I н раствора щелочи и нагревают смесь I мин на кипящей водяной бане. По охлаждению вносят 0,5 мл

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

Таблица 30

ИСКУССТВЕННАЯ ШКАЛА

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

Окрашенные в желто-оранжевый цвет растворы через I5 фотометрируют при длине волны 480–495 нм в кюветах с толщиной слоя I0 мм и строят калибровочный график. Шкала сохраняется в течение суток.

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

$$X = \frac{\varphi \cdot V_t \cdot 1,64}{V \cdot V_{20}}, \text{ где}$$

$\varphi$ – количество цианплава или HCN, найденное в анализируемом объеме, мкг.

$V_t$ – общий объем пробы, мл.

$V$ – объем пробы, взятый для анализа, мл.

I,64 – коэффициент пересчета цианплава по HCN

$V_{20}$ – объем воздуха в л, взятый для анализа и приведенный к стандартным условиям по формуле (см.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, °С

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 И Е Н Т Ы

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

| °С | 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 | 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 |

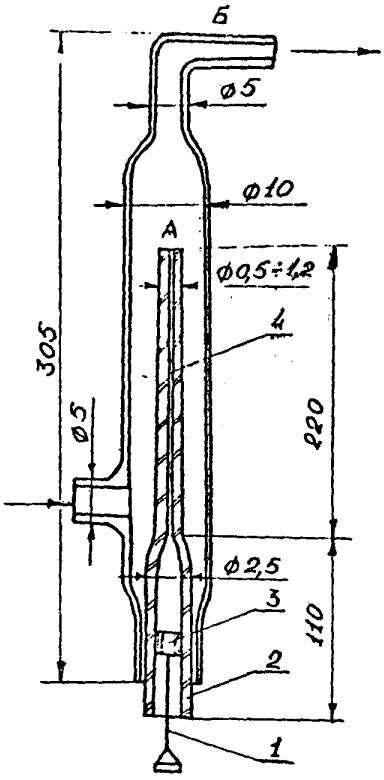


Рис.I. Установка для приготовления эталонных смесей с помощью диффузионного дозатора

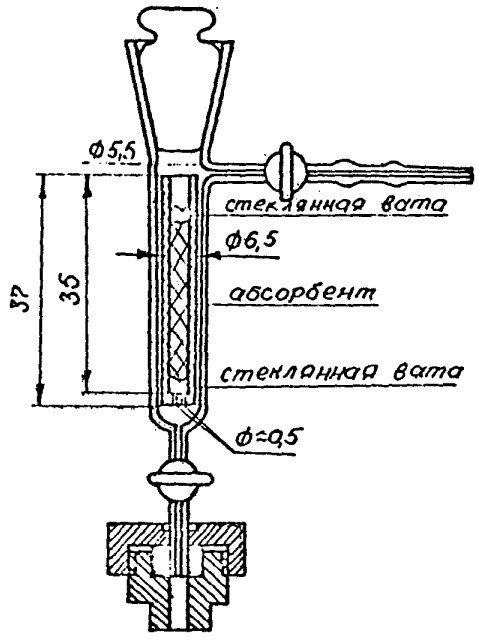


Рис.2. Устройство для ввода сконцентрированных в концентраторе проб в хроматограф.

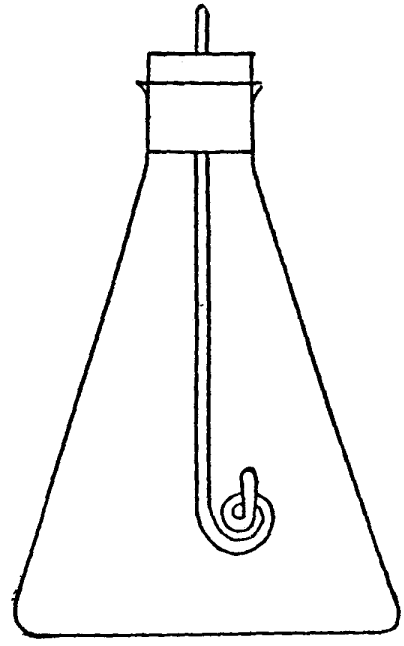

Рис.3 Колба для сжигания фильтров на определение содержания серы.

# С П И С О К

## институтов, представивших методики в данный сборник

| № п/п | ВЕЩЕСТВО | Наименование института |
|---|---|---|
| I. | Амидопирин | Харьковский институт гигиены труда и профзаболеваний |
| 2. | Афуган | ВНИИ ГИНТОКС, г.Киев |
| 3. | Бензантрон | Харьковский институт гигиены труда и профзаболеваний |
| 4. | Бензилпенициллин | ВНИИ антибиотиков, г.Москва |
| 5. | Бензоксазолон | Московский медицинский институт |
| 6. | Гексахлорбутадиен | 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. |
| I0. | Диметилдихлорвинилфосфат, -гексахлорциклогексан, дихлордифенилтрихлорэтан | Казанский институт охраны труда |
| II. | Диметилтерефталат, метилбензоат, метилтолуилат, метиловый и п-толуиловый спирты, п-толуиловый альдегид, п-толуиловая кислота, п-ксилол и дитолилметан | Ангарский НИИ гигиены труда и профзаболеваний |
| I2. | Диметилцианамид | Университет дружбы народов им.П.Лумумбы. |
| I3. | I,3 - дихлорпропилен | Новосибирский санитарный институт. |
| I4. | 3,4 - дихлорпропионанилид | Горьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний, ВНИИ хим.средств защиты растений. |
| I5. | Дурсбан | ВНИИГинтокс, г.Киев |
| I6. | Зоокумарин | Тбилисский институт гигиены труда и профзаболеваний. |
| I7. | Лассо СР-52223, суффикс | ВНИИГинтокс, г.Киев |

| I | 2 | 3 |
|---|---|---|
| I8. | Малоран | ВНИИГинтокс, г.Киев |
| I9. | Метанол в присутствии формальдегида | Новосибирский санитарный институт |
| 20. | Метилизобутилкетон | Уфимский институт гигиены труда и профзаболеваний |
| 2I. | Окись, гидроокись стронция | I-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. | Суммарное содержание парафиновых углеводородов $C_I - C_{IO}$ и ароматических углеводородов | ВНИИ углеводородного сырья, г.Казань |
| 25. | Пентахлорацетофенон | Львовский медицинский институт |
| 26. | Пиримор | Киевский институт гигиены труда и профзаболеваний |
| 27. | Рицид | ВНИИ ГИНТОКС, г.Киев |
| 28. | Сероокись | Волгоградская СЭС |
| 29. | Сера | Свердловский институт гигиены труда и профзаболеваний |
| 30. | Смолистые вещества | То же |
| 3I. | Тачигарен | ВНИИ ГИНТОКС, г.Киев |
| 32. | Топсин НФ-35 и НФ- | То же |
| 33. | Трехбромистый бор | Новосибирский санитарный институт |
| 34. | I-фенил, 4-5 дихлорпиридазон | Уфимский институт гигиены труда и профзаболеваний |
| 35. | И-фенилендималеимид | Гор. СЭС, г.Москва |
| 36. | Фенозон и дихлорпиридазон | ВНИИ хим. средств защиты растений, г.Москва |
| 37. | Фталан | Тбилисский институт гигиены труда и профзаболеваний |
| 38. | Фтористый алюминий | ЦНУВ Кафедра промгигиены, г.Москва |
| 39. | Фторотан, нигалан, диэтиловый эфир, этиловый спирт | Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва |
| 40. | 6-хлорбензоксазолон и хлорметил - 6-хлорбензоксазолон | Львовский медицинский институт |
| 4I. | I-хлор - 2 этилгексан | Гор.СЭС, г.Москва |
| 42. | Цианплав и цианистый водород | Тбилисский институт гигиены труда и профзаболеваний |
| 43. | Цинк и кадмий | Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва |

# СОДЕРЖАНИЕ


стр.

1. 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 дикрила 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
11. Методические указания на газохроматографическое определение диметилтерефталата, метилацетата, метилбензоата, метилтолуилата, метилового и п-толуилового спиртов, п-толуилового альдегида, п-толуиловой кислоты, п-кумола и дитолилметана в воздухе ..... 37
12. Методические указания на фотометрическое определение диметилцианамида в воздухе ..... 42
13. Методические указания на газохроматографическое определение 1-3 - дихлорпропилена в воздухе ..... 45
14. Методические указания на газохроматографическое определение 3,4 - дихлорпропионанилида в воздухе ..... 49
15. Методические указания на газохроматографическое определение дурсбана в воздухе ..... 52

Стр.

16. Методические указания на хроматографическое определение аоокумарина в воздухе ..... 55
17. Методические указания на спектрофотометрическое определение лйссо, СР-5222, суффикса 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 окиси и гидроокиси стронция в воздухе ..... 77
23. Методические указания на фотометрическое определение 2,3-оксинафтойной кислоты в воздухе..... 80
24. Методические указания на фотометрическое определение олеандомицина в воздухе ..... 83
25. Методические указания на газохроматографическое определение суммарного содержания парафиновых углеводородов $C_I$ - $C_{IO}$ и ароматических углеводородов в воздухе ..... 86
26. Методические указания на хроматографическое определение пентахлорацетофенона в воздухе ..... 91
27. Методические указания на спектрофотометрическое определение пиримора в воздухе ..... 94
28. Методические указания на хроматографическое определение рицида 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 тачигарена в воздухе..... 109
33. Методические указания на хроматографическое определение топсинов МФ-35 и МФ-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..... II9
. Методические указания на фотометрическое определение м-фенилендималеимида в воздухе..... I22
37. Методические указания на газохроматографическое определение феназона и дихлорпиридазона в воздухе ..... I26
. Методические указания на фотометрическое определение фталана в воздухе ..... I30
39. Методические указания на фотометрическое определение фтористого алюминия в воздухе ..... I33
. Методические указания на газохроматографическое определение фторотана, ингалана, диэтилового эфира и этилового спирта в воздухе ..... I36
. Методические указания на спектрофотометрическое определение 6-хлорбензоксазолона и хлорметил-6-хлорбензоксазолона в воздухе..... I40
42. Методические указания на фотометрическое определение I - хлор - 2 этил-гексана в воздухе..... I43
. Методические указания на фотометрическое определение цианплава и цианистого водорода в воздухе ..... I46
44. Методические указания на полярографическое определение цинка и кадмия в воздухе ..... I50
.. Приложение I. Приведение объема воздуха к стандартным условиям ..... I53
. Приложение 2. Таблица коэффициентов для различных температур и давления ..... I54

47. Приложение 3. Рисунки..... I55

48. Приложение 4. Список институтов, предоставивших Методики I56

gost.e-ecolog.ru