

Технические условия на метод определения стама Ф-34 в воздухе

№ 715-67

• Действующий акт

(утв. Минздравом СССР 07.10.1967 № 715-67)

Утверждаю
Заместитель Главного
санитарного врача СССР
Д.ЛОРАНСКИЙ

7 октября 1967 г. № 715-67

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ НА МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СТАМА Ф-34 В ВОЗДУХЕ

Настоящие Технические условия распространяются на метод определения содержания стама Ф-34 в воздухе промышленных помещений при санитарном контроле, а также в условиях сельскохозяйственных работ.

I. Общая часть

1. Метод основан на гидролизе стама Ф-34 до 3,4-дихлоранилина и определении последнего по реакции азосочетания с ароматическими фенолами.
2. Чувствительность определения — 6 мкг в анализируемом объеме раствора.
3. Вещества, дающие при разложении ароматические амины, мешают определению.
4. Предельно допустимая концентрация стама Ф-34 в воздухе не установлена.

II. Реактивы и аппаратура

5. Применяемые реактивы и растворы.

3,4-дихлоранилин. Стандартный раствор 3,4-дихлоранилина в метиловом спирте с содержанием 200 мкг/мл. В случае отсутствия 3,4-дихлоранилина его приготавливают из стама. Для этого технический стам очищают перекристаллизацией из водно-спиртового раствора. Растворяют 5 г стама в 50 мл этилового спирта при нагревании, вносят щепотку активированного угля и отфильтровывают горячий раствор. Затем добавляют небольшими порциями 8 мл горячей воды до появления мути. Осадок отфильтровывают и высушивают. Температура плавления полученного стама 89 — 90 °С. Затем проводят гидролиз стама до получения дихлоранилина. Для

этого к 1 г стама добавляют 25 мл серной кислоты (3:4 по объему) и нагревают 2 час. на кипящей водяной бане. Выпавший осадок отфильтровывают, высушивают и перекристаллизовывают из бензина. Температура плавления полученного 3,4-дихлоранилина – 70 – 71 °С.

Серная кислота, ГОСТ 4204-48, разбавленная 3:4 (по объему).

Метиловый спирт, ГОСТ 6995-54.

Этиловый спирт, ГОСТ 5962-51.

Уголь активированный, тонко измельченный.

Бензин авиационный.

Натрий азотистокислый, ГОСТ 4197-48, 1 н раствор свежеприготовленный (к 10 мл воды прибавляют 0,69 г нитрита натрия).

Альфа-нафтол, ГОСТ 5838-51, 1-процентный раствор в метиловом спирте.

Натр едкий, ГОСТ 4328-48, 4-процентный раствор.

Хлороформ, ГОСТ 3160-51.

6. Применяемые посуда и приборы.

Аспиратор или воздуходувка.

Фильтры АФА-ХА-18.

Патрон металлический или плексигласовый (см. рис. 1, 2, 3 и 4 – не приводятся).

Баня водяная.

Пробирки колориметрические плоскодонные высотой 120 мм и внутренним диаметром 15 мм.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-59, емкостью 100 мл.

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-59, емкостью 50 мл.

Пипетки, ГОСТ 1770-59, емкостью 1, 2, 5 и 10 мл с делениями 0,01 и 0,1 мл.

Воронки химические.

Стаканы химические.

Холодильники обратные с пришлифованными колбами емкостью 100 мл.

III. Отбор пробы воздуха

7. Воздух протягивают со скоростью 3 – 5 л/мин. через фильтры, помещенные в патрон.

IV. Описание определения

8. Фильтр с пробой промывают 50 мл хлороформа, приливая его тремя порциями. Раствор ядохимиката выпаривают небольшими порциями на водяной бане досуха. К остатку приливают 2 мл серной кислоты (3:4), присоединяют обратный холодильник и нагревают 2 час. на кипящей водяной бане. По окончании гидролиза отбирают из колбы в пробирку 0,2 мл раствора, туда же добавляют 0,3 мл воды и 0,5 мл метанола. Одновременно готовят шкалу стандартов согласно табл. 24.

Таблица 24

ШКАЛА СТАНДАРТОВ

№ стандарта	1	2	3	4	5	6	7
Стандартный раствор, мл	0	0,03	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5
Метиловый спирт, мл	0,5	0,47	0,4	0,3	0,2	0,1	0
Содержание 3,4-дихлоранилина, мкг	0	6	20	40	60	80	100

Во все пробирки стандартов прибавляют по 0,3 мл воды и по 0,2 мл серной кислоты. Затем в пробирки шкалы и проб вносят по 0,1 мл свежеприготовленного нитрита натрия, встряхивают и оставляют на 20 мин. После этого добавляют по 4 мл едкого натра и по 4 – 5 капель раствора альфа-нафтола, снова встряхивают. При наличии стама Ф-34 в пробе возникает розовая окраска, переходящая в зависимости от концентрации в ярко-красную. Через 30 – 40 мин. интенсивность окраски сравнивают с окраской стандартной шкалы. Окраска устойчива в течение нескольких часов.

Концентрацию стама Ф-34 в мг/куб. м воздуха (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G \times V}{V_0 \times V_1}$$

$$X = \frac{G \times V}{V_0 \times V_1}$$

где:

G – количество стама Ф-34, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;

V – общий объем пробы, мл; 1

V – объем пробы, взятый для анализа, мл;

V – объем воздуха (л), взятый для анализа и приведенный к нормальным 0 условиям по формуле (см. Приложение 1).

Приложение 1

Приведение объема воздуха к нормальным условиям производят согласно газовым законам Бойля – Мариотта и Гей-Люссака по следующей формуле:

$$V_0 = \frac{V \times 273 \times P}{t \times (273 + t) \times 760},$$

где:

V – объем воздуха, отобранный для анализа, л; t

P – барометрическое давление, мм рт. ст.;

t – температура воздуха в месте отбора пробы, °C.

Для удобства расчета V следует пользоваться таблицей коэффициентов O

(см. Приложение 2). Для приведения объема воздуха к нормальным условиям надо умножить V на соответствующий коэффициент.

t

Приложение 2

ТАБЛИЦА КОЭФФИЦИЕНТОВ ДЛЯ РАЗЛИЧНЫХ ТЕМПЕРАТУР И ДАВЛЕНИЯ, НА КОТОРЫЕ НАДО УМНОЖИТЬ ДЛЯ ПРИВЕДЕНИЯ ОБЪЕМА ВОЗДУХА К НОРМАЛЬНЫМ УСЛОВИЯМ

t , °C газа	Давление (P), мм рт. ст.							
	730	732	734	736	738	740	742	744
5	0,9432	0,9458	0,9484	0,9510	0,9536	0,9561	0,9587	0,9613
6	0,9398	0,9424	0,9450	0,9476	0,9501	0,9527	0,9553	0,9579
7	0,9365	0,9390	0,9416	0,9442	0,9467	0,9493	0,9518	0,9544
8	0,9331	0,9357	0,9383	0,9408	0,9434	0,9459	0,9485	0,9510
9	0,9298	0,9324	0,9349	0,9375	0,9400	0,9426	0,9451	0,9477
10	0,9265	0,9291	0,9316	0,9341	0,9367	0,9392	0,9418	0,9443
11	0,9233	0,9258	0,9283	0,9308	0,9334	0,9359	0,9384	0,9410
12	0,9200	0,9225	0,9251	0,9276	0,9301	0,9326	0,9351	0,9376
13	0,9168	0,9193	0,9218	0,9243	0,9269	0,9294	0,9319	0,9344
14	0,9136	0,9161	0,9186	0,9211	0,9236	0,9261	0,9286	0,9311

15	0,9104	0,9129	0,9154	0,9179	0,9204	0,9229	0,9254	0,9279
16	0,9073	0,9097	0,9122	0,9147	0,9172	0,9197	0,9222	0,9247
17	0,9041	0,9066	0,9092	0,9116	0,9140	0,9165	0,9190	0,9215
18	0,9010	0,9035	0,9059	0,9084	0,9109	0,9134	0,9158	0,9183
19	0,8979	0,9004	0,9028	0,9053	0,9078	0,9102	0,9127	0,9151
20	0,8948	0,8973	0,8997	0,9022	0,9046	0,9071	0,9096	0,9120
21	0,8918	0,8942	0,8967	0,9091	0,9016	0,9040	0,9065	0,9089
22	0,8888	0,8912	0,8936	0,8961	0,8985	0,9010	0,9034	0,9058
23	0,8858	0,8882	0,8906	0,8930	0,8955	0,8979	0,9003	0,9028
24	0,8828	0,8852	0,8876	0,8900	0,8924	0,8949	0,8973	0,8997
25	0,8798	0,8822	0,8846	0,8870	0,8894	0,8919	0,8943	0,8967
26	0,8769	0,8793	0,8817	0,8841	0,8865	0,8889	0,8913	0,8937
27	0,8739	0,8763	0,8787	0,8811	0,8835	0,8859	0,8883	0,8907
28	0,8710	0,8734	0,8758	0,8782	0,8806	0,8830	0,8853	0,8877
29	0,8681	0,8705	0,8729	0,8753	0,8776	0,8800	0,8824	0,8848
30	0,8653	0,8676	0,8700	0,8724	0,8748	0,8771	0,8795	0,8819
31	0,8624	0,8648	0,8672	0,8695	0,8719	0,8742	0,8766	0,8790
32	0,8596	0,8619	0,8643	0,8667	0,8691	0,8714	0,8736	0,8761
33	0,8568	0,8591	0,8615	0,8638	0,8662	0,8685	0,8709	0,8732
34	0,8540	0,8563	0,8587	0,8610	0,8634	0,8658	0,8680	0,8704
35	0,8512	0,8535	0,8559	0,8582	0,8605	0,8629	0,8652	0,8675
36	0,8484	0,8508	0,8531	0,8554	0,8577	0,8601	0,8624	0,8647
37	0,8457	0,8480	0,8503	0,8526	0,8549	0,8573	0,8596	0,8619
38	0,8430	0,8453	0,8476	0,8499	0,8522	0,8545	0,8568	0,8591
39	0,8403	0,8426	0,8449	0,8472	0,8495	0,8518	0,8541	0,8564
40	0,8376	0,8399	0,8422	0,8444	0,8467	0,8490	0,8513	0,8536

Продолжение

t , °C газа	Давление (P), мм рт. ст.								
	746	748	750	752	754	756	758	760	762
5	0,9638	0,9665	0,9691	0,9717	0,9742	0,9768	0,9794	0,9820	0,9846
6	0,9604	0,9630	0,9656	0,9682	0,9707	0,9733	0,9759	0,9785	0,9810
7	0,9570	0,9596	0,9621	0,9647	0,9673	0,9698	0,9724	0,9750	0,9775
8	0,9536	0,9561	0,9587	0,9613	0,9638	0,9664	0,9689	0,9715	0,9741
9	0,9502	0,9528	0,9553	0,9578	0,9604	0,9629	0,9655	0,9680	0,9706
10	0,9468	0,9494	0,9519	0,9544	0,9570	0,9595	0,9621	0,9646	0,9671
11	0,9435	0,9460	0,9486	0,9511	0,9536	0,9062	0,9587	0,9612	0,9637
12	0,9402	0,9427	0,9452	0,9477	0,9503	0,9528	0,9553	0,9578	0,9603
13	0,9369	0,9394	0,9419	0,9444	0,9469	0,9495	0,9520	0,9545	0,9570
14	0,9336	0,9363	0,9386	0,9411	0,9436	0,9461	0,9486	0,9511	0,9536
15	0,9304	0,9329	0,9354	0,9378	0,9404	0,9428	0,9453	0,9478	0,9503
16	0,9271	0,9296	0,9321	0,9346	0,9371	0,9396	0,9420	0,9445	0,9470
17	0,9239	0,9254	0,9289	0,9314	0,9339	0,9363	0,9388	0,9413	0,9438
18	0,9207	0,9232	0,9257	0,9282	0,9306	0,9331	0,9356	0,9380	0,9405
19	0,9176	0,9200	0,9225	0,9250	0,9275	0,9299	0,9324	0,9348	0,9373
20	0,9145	0,9169	0,9194	0,9218	0,9243	0,9267	0,9292	0,9316	0,9341
21	0,9113	0,9138	0,9162	0,9187	0,9211	0,9236	0,9260	0,9285	0,9309
22	0,9083	0,9107	0,9131	0,9155	0,9180	0,9204	0,9229	0,9253	0,9277
23	0,9052	0,9076	0,9100	0,9125	0,9149	0,9173	0,9197	0,9222	0,9246
24	0,9021	0,9045	0,9070	0,9094	0,9118	0,9142	0,9165	0,9191	0,9215
25	0,8991	0,9015	0,9039	0,9063	0,9087	0,9112	0,9135	0,9160	0,9184
26	0,8961	0,8985	0,9009	0,9033	0,9057	0,9081	0,9105	0,9120	0,9153
27	0,8931	0,8955	0,8979	0,9003	0,9027	0,9051	0,9074	0,9099	0,9122
28	0,8901	0,8925	0,8949	0,8973	0,8997	0,9021	0,9044	0,9068	0,9092
29	0,8872	0,8895	0,8919	0,8943	0,8967	0,8990	0,9014	0,9038	0,9062
30	0,8842	0,8866	0,8890	0,8914	0,8937	0,8961	0,8985	0,9008	0,9032

31	0,8813	0,8837	0,8861	0,8884	0,8908	0,8931	0,8955	0,8979	0,9002
32	0,8784	0,8808	0,8831	0,8855	0,8878	0,8902	0,8926	0,8949	0,8973
33	0,8756	0,8779	0,8803	0,8826	0,8850	0,8873	0,8897	0,8920	0,8943
34	0,8727	0,8750	0,8774	0,8797	0,8821	0,8844	0,8867	0,8891	0,8914
35	0,8699	0,8722	0,8745	0,8768	0,8792	0,8815	0,8839	0,8862	0,8885
36	0,8670	0,8694	0,8717	0,8740	0,8763	0,8787	0,8810	0,8833	0,8856
37	0,8642	0,8665	0,8689	0,8712	0,8735	0,8758	0,8731	0,8804	0,8828
38	0,8615	0,8638	0,8661	0,8684	0,8707	0,8730	0,8753	0,8776	0,8799
39	0,8587	0,8610	0,8633	0,8656	0,8679	0,8702	0,8725	0,8748	0,8771
40	0,8559	0,8582	0,8605	0,8628	0,8651	0,8674	0,8697	0,8720	0,8743

Продолжение

t , °C газа	Давление (P), мм рт. ст.								
	764	766	768	770	772	774	776	778	780
5	0,9871	0,9897	0,9923	0,9949	0,9975	1,0001	1,0026	1,0051	1,0078
6	0,9836	0,9862	0,9888	0,9913	0,9939	0,9965	0,9990	1,0016	1,0042
7	0,9801	0,9827	0,9852	0,9878	0,9904	0,9929	0,9955	0,9980	1,0006
8	0,9766	0,9792	0,9817	0,9843	0,9868	0,9894	0,9919	0,9945	0,9970
9	0,9731	0,9757	0,9782	0,9807	0,9833	0,9859	0,9884	0,9910	0,9935
10	0,9697	0,9722	0,9747	0,9773	0,9798	0,9824	0,9849	0,9874	0,9900
11	0,9663	0,9688	0,9713	0,9739	0,9764	0,9789	0,9814	0,9839	0,9865
12	0,9629	0,9654	0,9679	0,9704	0,9730	0,9754	0,9780	0,9805	0,9830
13	0,9595	0,9620	0,9645	0,9670	0,9695	0,9720	0,9745	0,9771	0,9796
14	0,9561	0,9586	0,9612	0,9637	0,9661	0,9686	0,9711	0,9736	0,9762
15	0,9528	0,9553	0,9578	0,9603	0,9628	0,9653	0,9678	0,9703	0,9728
16	0,9495	0,9520	0,9545	0,9570	0,9595	0,9619	0,9644	0,9669	0,9694
17	0,9462	0,9487	0,9512	0,9537	0,9561	0,9586	0,9611	0,9636	0,9661
18	0,9430	0,9454	0,9479	0,9504	0,9528	0,9553	0,9578	0,9602	0,9627

19	0,9397	0,9422	0,9447	0,9471	0,9496	0,9520	0,9545	0,9569	0,9594
20	0,9365	0,9390	0,9414	0,9439	0,9463	0,9488	0,9512	0,9537	0,9561
21	0,9333	0,9359	0,9382	0,9407	0,9431	0,9455	0,9480	0,9504	0,9529
22	0,9302	0,9326	0,9350	0,9375	0,9399	0,9423	0,9448	0,9472	0,9496
23	0,9270	0,9294	0,9319	0,9343	0,9367	0,9391	0,9416	0,9440	0,9464
24	0,9239	0,9263	0,9287	0,9311	0,9336	0,9360	0,9384	0,9408	0,9432
25	0,9208	0,9232	0,9256	0,9280	0,9304	0,9328	0,9352	0,9377	0,9401
26	0,9177	0,9201	0,9225	0,9249	0,9273	0,9297	0,9321	0,9345	0,9369
27	0,9146	0,9170	0,9194	0,9218	0,9242	0,9266	0,9290	0,9314	0,9338
28	0,9116	0,9140	0,9164	0,9187	0,9211	0,9235	0,9259	0,9283	0,9307
29	0,9086	0,9109	0,9133	0,9157	0,9181	0,9205	0,9228	0,9252	0,9276
30	0,9056	0,9079	0,9109	0,9127	0,9151	0,9174	0,9198	0,9222	0,9245
31	0,9026	0,9050	0,9073	0,9097	0,9121	0,9144	0,9168	0,9191	0,9215
32	0,8996	0,9020	0,9043	0,9067	0,9091	0,9114	0,9138	0,9161	0,9185
33	0,8967	0,8990	0,9014	0,9037	0,9061	0,9084	0,9108	0,9131	0,9154
34	0,8938	0,8961	0,8984	0,9008	0,9031	0,9055	0,9078	0,9101	0,9125
35	0,8908	0,8932	0,8955	0,8978	0,9002	0,9025	0,9048	0,9072	0,9092
36	0,8880	0,8903	0,8926	0,8949	0,8972	0,8996	0,9019	0,9042	0,9065
37	0,8851	0,8874	0,8897	0,8920	0,8943	0,8967	0,8990	0,9013	0,9036
38	0,8822	0,8845	0,8869	0,8892	0,8915	0,8938	0,8961	0,8984	0,9007
39	0,8794	0,8817	0,8840	0,8863	0,8886	0,8909	0,8932	0,8955	0,8978
40	0,8766	0,8789	0,8812	0,8835	0,8857	0,8881	0,8903	0,8926	0,8949