В Ц С П С

ВСЕСОЮЗНЫЙ ЦЕНТРАЛЬНЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ ОХРАНЫ ТРУДА

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

НА МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

Выпуск IX

МОСКВА - 1975

gost.e-ecolog.ru

В Ц С П С

ВСЕСОЮЗНЫЙ ЦЕНТРАЛЬНЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ ОХРАНЫ ТРУДА

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ НА МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

Выпуск 1X

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

Москва – 1973

УДК 614.72:543.2(083.75)

Редакционная коллегия

Е.К.Прохорова, М.Д.Бабина, М.Н.Кузьмичева,
Т.В.Соловьева, С.Ф.Яворовская

© Всесоюзный центральный научно-исследовательский институт охраны труда ВЦСПС, 1973

УТВЕРЖДАЮ.
Заместитель
главного санитарного врача
СССР
16 мая 1973 г.
№ 1094-73

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ НА МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА И ЕГО СОЕДИНЕНИЙ В ВОЗДУХЕ

Настоящие технические условия распространяются на метод определения содержания свинца и его соединений в воздухе промышленных помещений при санитарном контроле.

I. Общая часть

1. Метод основан на амперометрическом титровании уксуснокислого раствора свинца водным раствором молибденовокислого аммония при образовании нерастворимого соединения и позволяет проводить фазовый анализ соединений свинца (растворимый, нерастворимый и общий свинец).

2. Минимально определяемое количество – $9{,}95 \cdot 10^{-6}$ мг свинца в 10 мл раствора.

3. Определению мешает железо.

4. Предельно допустимая концентрация свинца и его соединений – 0,01 мг/м^3.

II. Реактивы и аппаратура

5. Применяемые реактивы и растворы.

Аммоний молибденовокислый, ГОСТ 3765-64, 0,01 н.раствор; готовят растворением 0,245 г молибденовокислого аммония в 250 мл воды.

Калий азотнокислый, ГОСТ 4217-65, 0,1 н.раствор; готовят растворением 5,05 г азотнокислого калия в 250 мл воды.

Свинец гранулированный, МРТУ 6-09-4030-67. Стандартный раствор с содержанием 1 мг/мл готовят растворением 1 г свинца с хорошо очищенной поверхностью в смеси (1:1) соляной (удельный вес 1,19) и азотной (удельный вес 1,40) кислот, нейтрализуют 25%-ным

раствором аммиака (до появления запаха) и добавляют смесь – 25 мл уксуснокислого аммония и 5 мл уксусной кислоты (до появления запаха). Далее доводят раствор водой до 1 л.

Калий хлористый, ГОСТ 4234–48, насыщенный раствор.
Аммоний уксуснокислый, ГОСТ 3117–68.
Кислота соляная, ГОСТ 3118–67, удельный вес 1,19.
Кислота азотная, ГОСТ 4461–67, удельный вес 1,40.
Кислота уксусная, ГОСТ 61–69, ледяная.

6. Применяемые посуда и приборы.

Стакан химический емкостью 50; 100 и 250 мл.
Пипетки, ГОСТ 1770–59, емкостью 1; 5 и 10 мл.
Склянка Дрекселя.
Микробюретка, ГОСТ 1770–59, емкостью 3 мл.
Электроаспиратор.
Патрон металлический или плексигласовый.
Фильтры АФА–В–10.
Вольтметр.*/
Гальванометр зеркальный чувствительностью не менее 10^{-7} А.*/
Реостат.*/
Электрод ртутно–капельный.
Полуэлемент каломельный.
Ключ электролитический соединительный.
Аккумулятор напряжением 2–4 В.
Переключатель.
Аппарат Киппа.

III. Отбор пробы воздуха

7. Отбор проб производят на перхлорвиниловые фильтры АФА–В–10 со скоростью 10–15 л/мин. Для анализа необходимо отобрать 50–200 л воздуха (в зависимости от концентрации аэрозолей свинца).

IУ. Описание определения

8. Растворимый и нерастворимый свинец определяют из одной пробы, свинец общий – из отдельной пробы.

Для определения растворимого свинца фильтр с отобранной пылью помещают в стеклянный стакан емкостью 100–250 мл, заливают 15 мл 35%–ного раствора уксуснокислого аммония и вместе с фильт–

*/Можно заменить полярографом.

ром кипятят 30 мин (кипение слабое). Стеклянной палочкой извлекают фильтр и смывают небольшим количеством воды нерастворившуюся часть пыли в стакан*/. Раствор фильтруют через беззольный фильтр. В фильтрате амперометрическим титрованием определяют свинец растворимый.

Для определения нерастворимого свинца фильтр с нерастворившейся частью пыли подсушивают и при температуре 550°С (не выше) сжигают в муфельной печи в течение 30–40 мин. Остаток растворяют в 10 мл смеси (1:1) соляной и азотной кислот. После растворения пыли раствор нейтрализуют 25%-ным раствором аммиака (до появления запаха) и проводят операции аналогичные операциям при определении растворимого свинца. Если образуется осадок, его отфильтровывают, а в фильтрате проводят амперометрическое титрование.

Установку для титрования собирают по общепринятой схеме и приступают к титрованию. В стакан для титрования наливают пробу и в качестве фона добавляют 10 мл 0,1 н. раствора азотнокислого калия. Накладываемое на электроды напряжение 1 В. Перед титрованием для удаления кислорода через раствор в течение 1 мин пропускают водород. Далее в стакан для титрования к раствору пробы из микробюретки приливают 0,1–0,2 мл 0,01 н.раствора молибденовокислого аммония и путем пропускания водорода перемешивают растворы в течение 30 с. Затем делают одноминутную выдержку, записывают показания гальванометра и весь цикл повторяют. Сделав 4–5 замеров, после точки перелома титрование прекращают. По полученным данным строят кривую: на оси абсцисс откладывают количество титрующего раствора в мл, на оси ординат – показания гальванометра.

Концентрацию свинца (X) в мг/м^3 воздуха вычисляют по формуле

$$X = \frac{T \cdot B \cdot 1000}{V_o},$$

где T – титр 0,01 н.раствора молибденовокислого аммония, устанавливаемый по стандартному раствору свинца, мг/мл;

---

*/ Если на фильтре остается несмывшаяся пыль, его обрабатывают смесью (1:1) соляной (удельный вес 1,19) и азотной (удельный вес 1,40) кислот и присоединяют к раствору, полученному при обработке остатка (см. определение нерастворимого свинца).

В – объем 0,01 н.раствора молибденовокислого аммония, пошедшего на титрование, мл;

1000 – коэффициент пересчета;

$V_д$ – объем воздуха, взятый для анализа и приведенный к нормальным условиям по формуле, *л* (см.приложение).

ПРИЛОЖЕНИЕ

Объем воздуха (V_o) к нормальным условиям приводят согласно газовым законам Бойля-Мариотта и Гей-Люссака по следующей формуле

$$V_o = \frac{Vt \cdot 273 \cdot P}{(273 + t) \cdot 760},$$

где V_t – объем воздуха, отобранный для анализа, л;
P – барометрическое давление, мм рт. ст.;
t – температура воздуха в месте отбора пробы, C^o.

Для удобства расчета V_o следует пользоваться таблицей коэффициентов (таблица). Для приведения объема воздуха к нормальным условиям надо умножить V_t на соответствующий коэффициент.

Таблица

КОЭФФИЦИЕНТЫ ДЛЯ РАЗЛИЧНЫХ ТЕМПЕРАТУР И ДАВЛЕНИЙ, НА КОТОРЫЕ НАДО УМНОЖИТЬ V_t, ДЛЯ ПРИВЕДЕНИЯ ОБЪЕМА ВОЗДУХА К НОРМАЛЬНЫМ УСЛОВИЯМ

Температура газа, °С	Давление (Р), мм рт.ст.					
	730	732	734	736	738	740
5	0,9432	0,9458	0,9484	0,9510	0,9536	0,9561
6	0,9398	0,9424	0,9450	0,9476	0,9501	0,9527
7	0,9365	0,9390	0,9416	0,9442	0,9467	0,9493
8	0,9331	0,9357	0,9383	0,9308	0,9434	0,9459
9	0,9298	0,9324	0,9349	0,9375	0,9400	0,9426
10	0,9265	0,9291	0,9316	0,9341	0,9367	0,9392
11	0,9233	0,9258	0,9283	0,9308	0,9334	0,9359
12	0,9200	0,9225	0,9251	0,9276	0,9301	0,9326
13	0,9168	0,9193	0,9218	0,9243	0,9269	0,9294
14	0,9136	0,9161	0,9186	0,9211	0,9236	0,9261
15	0,9104	0,9129	0,9154	0,9179	0,9204	0,9229
16	0,9073	0,9097	0,9122	0,9147	0,9172	0,9197
17	0,9041	0,9066	0,9092	0,9116	0,9140	0,9165
18	0,9010	0,9035	0,9059	0,9084	0,9109	0,9134
19	0,8979	0,9004	0,9028	0,9053	0,9078	0,9102
20	0,8948	0,8973	0,8997	0,9022	0,9046	0,9071
21	0,8918	0,8942	0,8967	0,8991	0,9016	0,9040
22	0,8888	0,8912	0,8936	0,8961	0,8985	0,9010
23	0,8858	0,8882	0,8906	0,8930	0,8955	0,8979
24	0,8828	0,8852	0,8876	0,8900	0,8924	0,8949
25	0,8798	0,8822	0,8846	0,8870	0,8894	0,8919
26	0,8769	0,8793	0,8817	0,8841	0,8865	0,8889
27	0,8739	0,8763	0,8787	0,8811	0,8835	0,8859
28	0,8710	0,8734	0,8758	0,8782	0,8806	0,8830
29	0,8681	0,8705	0,8729	0,8753	0,8776	0,8800
30	0,8653	0,8676	0,8700	0,8724	0,8748	0,8771
31	0,8624	0,8648	0,8672	0,8695	0,8719	0,8742
32	0,8596	0,8619	0,8643	0,8667	0,8691	0,8714
33	0,8568	0,8591	0,8615	0,8638	0,8662	0,8685
34	0,8540	0,8563	0,8587	0,8610	0,8634	0,8658
35	0,8512	0,8535	0,8559	0,8582	0,8605	0,8629
36	0,8484	0,8508	0,8531	0,8554	0,8577	0,8601
37	0,8457	0,8480	0,8503	0,8526	0,8549	0,8573
38	0,8430	0,8453	0,8476	0,8499	0,8522	0,8545
39	0,8403	0,8426	0,8449	0,8472	0,8495	0,8518
40	0,8376	0,8399	0,8422	0,8444	0,8467	0,8490

Температура газа, °С	Давление (Р), мм рт.ст.						
	742	744	746	748	750	752	754
5	0,9587	0,9613	0,9639	0,9665	0,9691	0,9717	0,9742
6	0,9553	0,9579	0,9604	0,9630	0,9656	0,9682	0,9707
7	0,9518	0,9544	0,9570	0,9596	0,9621	0,9647	0,9673
8	0,9485	0,9510	0,9536	0,9561	Q9587	0,9613	0,9638
9	0,9451	0,9477	0,9502	0,9528	0,9553	0,9578	0,9604
10	0,9418	0,9443	0,9468	0,9494	0,9519	0,9544	0,9570
11	0,9384	0,9410	0,9435	0,9460	0,9486	0,9511	0,9536
12	0,9351	0,9376	0,9402	0,9427	0,9452	0,9477	0,9503
13	0,9319	0,9344	0,9369	0,9394	0,9419	0,9444	0,9469
14	0,9286	0,9311	0,9336	0,9363	0,9386	0,9411	0,9436
15	0,9254	0,9279	0,9304	0,9329	0,9354	0,9378	0,9404
16	0,9222	0,9247	0,9271	0,9296	0,9321	0,9346	0,9371
17	0,9190	0,9215	0,9239	0,9264	0,9289	0,9314	0,9339
18	0,9158	0,9183	0,9207	0,9232	0,9257	0,9282	0,9306
19	0,9127	0,9151	0,9176	0,9200	0,9225	0,9250	0,9275
20	0,9096	0,9120	0,9145	0,9169	0,9194	0,9218	0,9243
21	0,9065	0,9089	0,9113	0,9138	0,9162	0,9187	0,9211
22	0,9034	0,9058	0,9083	0,9107	0,9131	0,9155	0,9180
23	0,9003	0,9028	0,9052	0,9076	0,9100	0,9125	0,9149
24	0,8973	0,8997	0,9021	0,9045	0,9070	0,9094	0,9118
25	0,8943	0,8967	0,8991	0,9015	0,9039	0,9063	0,9087
26	0,8913	0,8937	0,8961	0,8985	0,9009	0,9033	0,9057
27	0,8883	0,8907	0,8931	0,8955	0,8979	0,9003	0,9027
28	0,8853	0,8877	0,8901	0,8925	0,8949	0,8973	0,8997
29	0,8824	0,8848	0,8872	0,8895	0,8919	0,8943	0,8967
30	0,8795	0,8819	0,8842	0,8866	0,8890	0,8914	0,8937
31	0,8766	0,8790	0,8813	0,8837	0,8861	0,8884	0,8908
32	0,8736	0,8761	0,8784	0,8808	0,8831	0,8855	0,8878
33	0,8709	0,8732	0,8756	0,8779	0,8803	0,8826	0,8850
34	0,8680	0,8704	0,8727	0,8750	0,8774	0,8797	0,8821
35	0,8652	0,8675	0,8699	0,8722	0,8745	0,8768	0,8792
36	0,8624	0,8647	0,8670	0,8694	0,8717	0,8740	0,8763
37	0,8596	0,8619	0,8642	0,8665	0,8689	0,8712	0,8735
38	0,8568	0,8591	0,8615	0,8638	0,8661	0,8684	0,8707
39	0,8541	0,8564	0,8587	0,8610	0,8633	0,8656	0,8679
40	0,8513	0,8536	0,8559	0,8582	0,8605	0,8628	0,8651

Температура газа, °С	Давление (Р), мм рт.ст.						
	756	758	760	762	764	766	768
5	0,9768	0,9794	0,9820	0,9846	0,9871	0,9897	0,9923
6	0,9733	0,9759	0,9785	0,9810	0,9836	0,9862	0,9888
7	0,9698	0,9724	0,9750	0,9775	0,9801	0,9827	0,9852
8	0,9664	0,9689	0,9715	0,9741	0,9766	0,9792	0,9817
9	0,9629	0,9655	0,9686	0,9706	0,9731	0,9757	0,9782
10	0,9595	0,9621	0,9646	0,9671	0,9697	0,9722	0,9747
11	0,9562	0,9587	0,9612	0,9637	0,9663	0,9638	0,9713
12	0,9528	0,9553	0,9578	0,9603	0,9629	0,9654	0,9679
13	0,9495	0,9520	0,9545	0,9570	0,9595	0,9620	0,9645
14	0,9461	0,9486	0,9511	0,9536	0,9561	0,9586	0,9612
15	0,9428	0,9453	0,9478	0,9503	0,9528	0,9553	0,9578
16	0,9396	0,9420	0,9445	0,9470	0,9495	0,9520	0,9545
17	0,9369	0,9388	0,9413	0,9438	0,9462	0,9487	0,9512
18	0,9331	0,9356	0,9380	0,9405	0,9430	0,9454	0,9479
19	0,9299	0,9324	0,9348	0,9373	0,9397	0,9422	0,9447
20	0,9267	0,9292	0,9316	0,9341	0,9365	0,9390	0,9414
21	0,9236	0,9260	0,9285	0,9309	0,9333	0,9359	0,9382
22	0,9204	0,9229	0,9253	0,9277	0,9302	0,9326	0,9350
23	0,9173	0,9197	0,9222	0,9246	0,9270	0,9294	0,9319
24	0,9142	0,9165	0,9191	0,9215	0,9239	0,9263	0,9287
25	0,9112	0,9135	0,9160	0,9184	0,9208	0,9232	0,9256
26	0,9081	0,9105	0,9129	0,9153	0,9177	0,9201	0,9225
27	0,9051	0,9074	0,9099	0,9122	0,9146	0,9170	0,9194
28	0,9021	0,9044	0,9068	0,9092	0,9116	0,9140	0,9164
29	0,8990	0,9014	0,9038	0,9062	0,9086	0,9109	0,9133
30	0,8961	0,8985	0,9008	0,9032	0,9056	0,9079	0,9109
31	0,8931	0,8955	0,8979	0,9002	0,9026	0,9050	0,9073
32	0,8902	0,8926	0,8949	0,8973	0,8996	0,9020	0,9043
33	0,8873	0,8897	0,8920	0,8943	0,8967	0,8990	0,9014
34	0,8844	0,8867	0,8891	0,8914	0,8938	0,8961	0,8984
35	0,8815	0,8839	0,8862	0,8885	0,8908	0,8932	0,8955
36	0,8787	0,8810	0,8833	0,8856	0,8880	0,8903	0,8926
37	0,8758	0,8781	0,8804	0,8828	0,8851	0,8874	0,8897
38	0,8730	0,8753	0,8786	0,8799	0,8822	0,8845	0,8869
39	0,8702	0,8725	0,8748	0,8771	0,8794	0,8817	0,8840
40	0,8674	0,8697	0,8720	0,8743	0,8766	0,8789	0,8812

Температура газа, °С	Давление (Р), мм рт.ст.					
	770	772	774	776	778	780
5	0,9949	0,9975	1,0001	1,0026	1,0051	1,0078
6	0,9913	0,9939	0,9965	0,9990	1,0016	1,0042
7	0,9878	0,9904	0,9929	0,9955	0,9980	1,0006
8	0,9843	0,9868	0,9894	0,9919	0,9945	0,9970
9	0,9807	0,9833	0,9859	0,9884	0,9910	0,9935
10	0,9773	0,9798	0,9824	0,9849	0,9874	0,9900
11	0,9739	0,9764	0,9789	0,9814	0,9839	0,9865
12	0,9704	0,9730	0,9754	0,9780	0,9805	0,9830
13	0,9670	0,9695	0,9720	0,9745	0,9771	0,9796
14	0,9637	0,9661	0,9686	0,9711	0,9736	0,9762
15	0,9603	0,9628	0,9653	0,9678	0,9703	0,9728
16	0,9570	0,9595	0,9619	0,9644	0,9669	0,9694
17	0,9537	0,9561	0,9586	0,9611	0,9639	0,9661
18	0,9504	0,9528	0,9553	0,9578	0,9602	0,9627
19	0,9471	0,9496	0,9520	0,9545	0,9569	0,9594
20	0,9439	0,9463	0,9488	0,9512	0,9537	0,9561
21	0,9407	0,9431	0,9455	0,9480	0,9504	0,9529
22	0,9375	0,9399	0,9423	0,9448	0,9472	0,9496
23	0,9343	0,9367	0,9391	0,9416	0,9440	0,9464
24	0,9311	0,9336	0,9360	0,9384	0,9408	0,9432
25	0,9280	0,9304	0,9328	0,9352	0,9377	0,9401
26.	0,9249	0,9273	0,9297	0,9321	0,9345	0,9369
27	0,9218	0,9242	0,9266	0,9290	0,9314	0,9338
28	0,9187	0,9211	0,9235	0,9259	0,9283	0,9307
29	0,9157	0,9181	0,9205	0,9228	0,9252	0,9276
30	0,9127	0,9151	0,9174	0,9198	0,9222	0,9245
31	0,9097	0,9121	0,9144	0,9168	0,9191	0,9215
32	0,9067	0,9091	0,9114	0,9138	0,9161	0,9185
33	0,9037	0,9061	0,9084	0,9108	0,9131	0,9154
34	0,9008	0,9031	0,9055	0,9078	0,9101	0,9125
35	0,8978	0,9002	0,9025	0,9048	0,9072	0,9092
36	0,8949	0,8972	0,8996	0,9019	0,9042	0,9065
37	0,8920	0,8943	0,8967	0,8990	0,9013	0,9036
38	0,8892	0,8915	0,8938	0,8961	0,8984	0,9007
39	0,8863	0,8886	0,8909	0,8932	0,8955	0,8978
40	0,8835	0,8857	0,8881	0,8903	0,8926	0,8949

О Г Л А В Л Е Н И Е

Технические условия на метод определения акролеина в воздухе 3

Технические условия на метод определения 1-амино- и 1,2-диаминоантрахинонов в воздухе 8

Технические условия на метод определения о-аминофенола в воздухе 11

Технические условия на метод определения п-аминофенола в воздухе 13

Технические условия на метод определения о-анизидина в воздухе 15

Технические условия на метод определения п-анизидина в воздухе 17

Технические условия на метод определения антрахинона в воздухе 19

Технические условия на метод определения бензола, толуола и о-ксилола в воздухе 22

Технические условия на метод определения бензола, толуола, о-, м-, п-ксилола, этилбензола, ацетона, циклогексана, этилацетата и бутилового спирта в воздухе 26

Технические условия на метод определения бензола, толуола, этилбензола, о-, м-, п-ксилола, изопропилбензола в воздухе 30

Технические условия на метод определения бензохинона в воздухе 35

Технические условия на метод определения 3,4-бензпирена в парафинах и его аэрозолях в воздухе 38

Технические условия на метод определения диметилацетамида в воздухе 44

Технические условия на метод определения диметилбензиламина в воздухе 48

Технические условия на метод определения диметилвинилэтинилпараоксифенилметана в воздухе 53

Технические условия на метод определения динила в воздухе 56

Технические условия на метод раздельного определения дихлорэтана, хлороформа, четыреххлористого углерода и трихлорэтилена в воздухе 58

Технические условия на метод определения изопентана в воздухе 61

Технические условия на метод определения масляного альдегида в воздухе 64

Технические условия на метод определения окислов марганца в воздухе 67

Технические условия на метод определения α-нафтола в воздухе 71

Технические условия на метод определения β-нафтола в воздухе 74

Технические условия на метод определения α-нафтохинона в воздухе 77

Технические условия на метод определения никеля в воздухе 80

Технические условия на метод определения п-нитрофенолята натрия в воздухе 84

Технические условия на метод определения п-оксидифениламина в воздухе 86

Технические условия на метод определения аэрозоля и паров парафина в воздухе 89

Технические условия на метод определения аэрозоля парафина в присутствии олеиновой кислоты в воздухе 92

Технические условия на метод определения свинца в воздухе и кронсодержащей красочной пыли 95

Технические условия на метод определения свинца в воздухе и кронсодержащей красочной пыли 99

Технические условия на метод определения свинца и его соединений в воздухе 105

Технические условия на метод определения алифатических спиртов группы C_1–C_4 в воздухе 109

Технические условия на метод раздельного определения алифатических спиртов группы C_1–C_{10} в воздухе 113

Технические условия на метод определения н–бутилового, вторичного бутилового и третичного бутилового спиртов в воздухе 119

Технические условия на метод определения стирола в воздухе 122

Технические условия на метод раздельного определения стирола, α–метилстирола и акрилонитрила в воздухе 126

Технические условия на метод определения сульфенамида "С" в воздухе 130

Технические условия на метод определения двуокиси углерода в воздухе 133

Технические условия на метод определения фенантрена в воздухе 136

Технические условия на метод определения солянокислого п–фенетидина в воздухе 139

Технические условия на метод определения фозалона в воздухе 142

Технические условия на метод определения хлористого 5–этокси–1,2–фенилентиазония в воздухе 146

Технические условия на метод определения цинка в воздухе 149

Приложение 153

Технические условия
на методы определения вредных веществ
в воздухе

Редактор Л.Л. Ляницкевич Технический редактор А.В.Ушкова

Подписано к печати 26/XII-1973 П.л. 10,0 Уч.-изд.л. 8,5
Тираж 3500 экз. Л 42522 Цена 85 коп.

Ротапринт ВЦНИИОТ ВЦСПС Заказ № 66

gost.e-ecolog.ru