МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

Выпуск XIX

Москва, 1984 г.

gost.e-ecolog.ru

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

Москва, 1983 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. Зак. 1943 Тир. 1000

Типография Министерства Здравоохранения СССР.

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Главного
государственного
санитарного врача СССР
_____ А.И.ЗАЙЧЕНКО
"06" апреля 1983 г.
№ 2906-83

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ СВИНЦА, ОЛОВА, МЕДИ И КАДМИЯ ПРИ СОВМЕСТНОМ ПРИСУТСТВИИ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Физические свойства компонентов

наименование	хим. символ		плотность	т.плав. °С	т.кип. °С	Растворимость
Свинец	Pb	207,2	II,34	327,3	I75I	растворяется в минерал кислотах
Олово	Sn	II8,6	5,75-7,28	23I,9	2600	- " -
медь	Cu	63,54	8,92	I083,0	2580	- " -
кадмий	Cd	II2,4	8,64	32I,0	767	- " -

I. Характеристика метода

Определение основано на восстановлении ионов свинца, олова, меди и кадмия на ртутно-капельном электроде на фоне 2%-ного раствора щавелевой кислоты при потенциале восстановления пиков: свинца = -0,68 в, меди = -0,36 в, олова = -0,74 в, кадмия = -0,84 (по отношению к донной ртути).

Отбор проб проводится с концентрированием на фильтр.

Предел измерения в анализируемом объеме пробы: свинца - 0,0I мкг/мл, олова - 0,05 мкг/мл, меди - 0,003 мкг/мл, кадмия - 0,0I мкг/мл.

Предел измерения в воздухе: свинца - 0,002 мг/м^3, меди - 0,0006 мг/м^3, олова - 0,0I мг/м^3, кадмия - 0,002 мг/м^3 (при отборе

50 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций в воздухе: 0,002 мг/м^3 - 0,02 мг/м^3 свинца, 0,0006 - 0,002 мг/м^3 меди, 0,0I - 0,I мг/м^3 олова, 0,002 - 0,02 мг/м^3 кадмия при диапазоне тока 0,5.

Граница суммарной погрешности измерения не превышает ± 25%.

Предельно допустимая концентрация свинца - 0,0I мг/м^3, меди - I,0 мг/м^3, кадмия окиси - 0,0I мг/м^3, олова - не установлена.

2. Реактивы, растворы и материалы

Свинец азотнокислый, ГОСТ 4236-77, х.ч.,перекристаллизованный и высушенный до постоянного веса при температуре I05-II0°С.

Основной раствор с содержанием I мг/мл свинца готовят растворением 0,I6 г азотнокислого свинца в I00 мл бидистиллированной воды.

Стандартные растворы №I, №2, №3 с содержанием I00 мкг/мл, I0 мкг/мл и I мкг/мл готовят разбавлением основного раствора бидистиллированной водой. Основной раствор устойчив в течение месяца, стандартные растворы №I,№2,№3 готовят перед употреблением.

Медь азотнокислая 3-х водная, ГОСТ 4I63-68, х.ч.

Основной раствор с содержанием I мг/мл меди готовят растворением 0,3802 г азотнокислой меди в I00 мл бидистиллированной воды.

Стандартные растворы №I, №2, №3 с содержанием I00 мкг/мл, I0 мкг/мл и I мкг/мл меди готовят разбавлением основного раствора 2%-ным раствором щавелевой кислоты. Основной раствор устойчив в течение месяца. Стандартные растворы №I,№2 и №3 готовят перед употреблением.

Олово четыреххлористое 5-ти водное, МРТУ 6-095-57-68, х.ч.

Основной раствор с содержанием I мг/мл олова готовят растворением 0,2955 г четыреххлористого олова в I00 мл 2%-ного раствора щавелевой кислоты.

Стандартные растворы №I, №2 и №3 с содержанием I00 мкг/мл,

I0 мкг/мл и I мкг/мл олова готовят разбавлением основного раствора 2%-ным раствором щавелевой кислоты. Основной раствор устойчив в течение месяца. Стандартные растворы №I, №2 и №3 готовят перед употреблением.

Кадмий азотнокислый 4-х водный, ГОСТ 6262-79, х.ч.

Основной раствор с содержанием I мг/мл кадмия готовят растворением 0,2744 г азотнокислого кадмия в I00 мл бидистиллированной воды.

Стандартные растворы №I, №2 и №3 с содержанием I00 мкг/мл, I0 мкг/мл и I мкг/мл кадмия готовят разбавлением основного раствора 2%-ным раствором щавелевой кислоты. Основной раствор устойчив в течение месяца. Стандартные растворы №I, №2 и №3 готовят перед употреблением.

Кислота серная, ГОСТ 4204-77, х.ч., I5%-ный раствор.

Кислота щавелевая, ГОСТ 5873-68, о.ч.,2%-ный раствор.

Кислота азотная, ГОСТ 4461-77, х.ч., разбавленная I:I.

Аммоний ванадиевокислый мета, ГОСТ 9336-75, чда.

Цинк гранулированный, ГОСТ 989-75, х.ч.

Ртуть азотнокислая закисная, 2-х водная, ГОСТ 4521-78, х.ч.

Вода бидистиллированная. Реактивы следует готовить на бидистиллированной воде.

Азот газообразный, очищенный от кислорода. Азот пропускают через склянку, содержащую раствор двухвалентного ванадия, находящегося над гранулами амальгамированного цинка. Раствор двухвалентного ванадия готовят следующим образом: порошок ванадиевокислого аммония растворяют в I5%-ном растворе серной кислоты до получения насыщенного раствора. В качестве восстановителя используют амальгаму цинка. Для ее получения гранулированный цинк встряхивают в растворе азотнокислой закиси ртути, содержащем азотную кислоту, до образования блестящей амальгамы цинка. Амальгамированный цинк тща

тельно отмывают дистиллированной водой от азотной кислоты. Насыщенный раствор ванадата аммония в серной кислоте встряхивают с амальгамой цинка до получения фиолетовой окраски, свидетельствующей об образовании сульфата двухвалентного ванадия. Раствор устойчив в течение I,5-2 месяцев.

Ртуть очищенная, ГОСТ 4658-49.

Фильтры АФА-ВП-20.

3. Приборы и посуда

Аспирационное устройство.

Полярограф ПТ-I с ртутно-капельным электродом с записью полярограмм в переменнотоковом режиме.

Фильтродержатели.

Колбы мерные, ГОСТ I770-74, емкостью 50 и I00 мл.

Пипетки, ГОСТ 20292-74, емкостью I,2,5 и I0 мл.

Воронки стеклянные, ГОСТ 8613-75.

Стаканы стеклянные лабораторные, ГОСТ I0394-72, емкостью 25 и 50 мл.

4. Проведение измерения

Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью I0 л/мин аспирируют через фильтр АФА-ВП-20, укрепленный в фильтродержателе. Для определения I/2 ПДК свинца, олова, меди и кадмия при совместном присутствии необходимо отобрать 50 л воздуха в течение 5 минут.

Условия анализа

Фильтр с отобранной пробой переносят в химический стакан, заливают I0 мл азотной кислоты I:I, нагревают на водяной бане 5-I0 минут, перемешивают. Далее фильтр отжимают стеклянной палочкой, промывают два раза 5 мл бидистиллированной воды, промывные воды сливают в тот же стакан. Раствор упаривают на водяной бане досуха. Приливают 5 мл воды и упаривают вновь. Сухой остаток растворяют в

I0 мл 2%-ного раствора щавелевой кислоты. Кислород из раствора удаляют продуванием в течение 5 минут очищенным от него азотом.

Режим полярографирования: поляризующее напряжение от -0,275в до -0,9в, скорость развертки 4 мв/сек, амплитуда 4 мв, период капания 3-4 сек, диапазон тока 0,5 + 40 (xI00).

Полярографируют часть исследуемого раствора пробы. В оставшуюся часть пробы добавляют стандартный раствор определяемого вещества. Содержание добавляемого стандарта рассчитывают на I мл пробы. При этом пик вещества должен увеличиться примерно в 2 раза.

Концентрацию веществ в мг/м^3 воздуха (X) вычисляют методом добавок по формуле:

$$X = \frac{H_I \cdot C \cdot V_{ст} \cdot V_{пр}}{/(H_2 - H_I).V_р + H_2 V_{ст}/.V_{20}};$$

где: C - концентрация добавленного стандартного раствора вещества, мкг/мл;

H_I - высота пика анализируемого раствора, мм;

H_2 - суммарная высота пика, полученная после добавления раствора с известной концентрацией вещества в анализируемый раствор, мм;

$V_{ст}$ - объем добавленного стандартного раствора вещества, мл;

$V_р$ - объем анализируемого раствора пробы, помещенного в ячейку, мл;

$V_{пр}$ - общий объем анализируемого раствора, 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:

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

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, °С

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

К О Э Ф Ф И Ц И Е Н Т Ы

для приведения объема 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

Приложение 3

Вещества, определяемые по ранее утвержденным и опубликованным Методическим Указаниям

№ пп	Наименование вещества	Опубликованные МУ
I.	Полиоксиамид	ТУ на метод определения пыли в воздухе промышленных предприятий. Выпуск IУ,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-I50М)	- " -
6.	Полиоксадиазол (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-β-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
Полярографическое определение вольфрама	ВЦНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
Газохроматографическое определение диэтилентриамина, этилендиамина, триэтилентетрамина	Уфимский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Полярографическое определение диэтилтеллурида	ЦИУВ, кафедра промгигиены г.Москва
Фотометрическое определение ди(2-этилгексил)фенилфосфата и дифенил(2-этилгексил)фосфата	Институт гигиены им. Ф.Ф.Эрисмана
Фотометрическое определение 3,4-диметоксифенилацетонитрила (гомонитрила)	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР. г.Москва
Фотометрическое определение 3,4-диметоксибензилхлорида	- " -
Фотометрическое определение 2,3-дибром-2-бутен-1,4-диола	Одесский медицинский институт
Фотометрическое определение 1,2-диметоксибензола (вератрола)	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г."осква
Газохроматографическое определение дибутилсебацината	Белорусский санитарно-гигиенический институт
Газохроматографическое определение дибутилфталата, диоктилфталата, дибутилсебацината и диоктиладипината	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
Газохроматографическое определение изопропилхлорекса	ГОСНИИ ХЛОРПРОЕКТ, г.Киев филиал
Газохроматографическое определение кетоэфира	Уфимский НИИ гигиены труда и профзаболеваний

1	2
Газохроматографическое определение компонентов бензометанольной смеси (метанол, изобутанол, углеводороды)	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
Хроматографическое определение которана	Ташкентский медицинский институт
Фотометрическое определение канифоли	Ангарский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение летучих жирных кислот	- " -
Спектрофотометрическое определение масляного аэрозоля	ВНИИЖГ, г.Москва
Полярографическое определение марганца и железа	ВЦНИИОТ 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	ВЦНИИОТ 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 норборнена 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 стиромаля	Ангарский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение тетраэтилсвинца	- " -

I	2
Полярографическое 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
Полярографическое определение хрома (УI и Ш)	ВЦНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
Фотометрическое определение цианистого водорода	Ленинградский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение этилена, пропилена и ацетальдегида	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР г.Москва

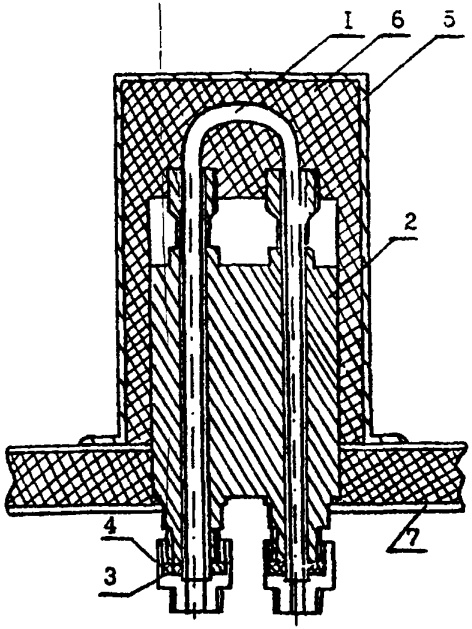

Рис.I. Общий вид установки реактора в испаритель.
I - реактор, 2 - испаритель, 3 - букса, 4 - штуцер, 5 - кожух испарителя, 6 - шлаковата, 7 - крышка блока анализатора.

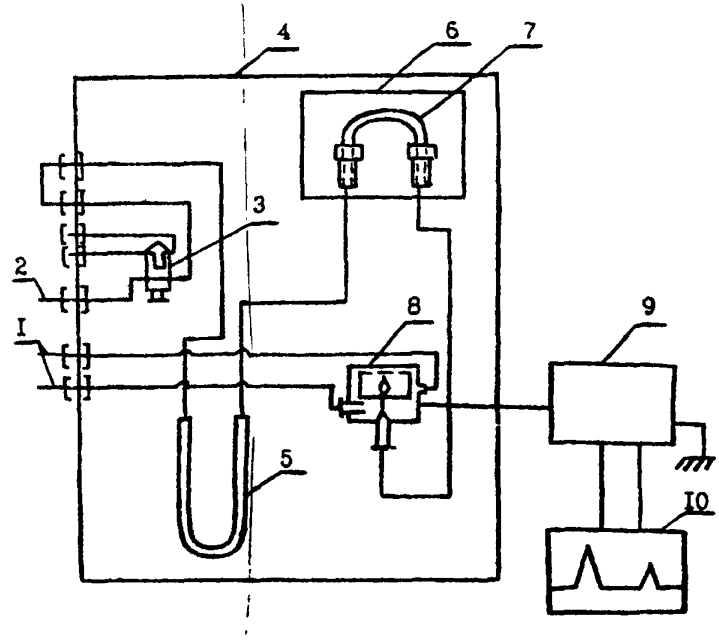

Рис.2. Схема подключения реактора.
I - подача воздуха, 2 - подача водорода, 3 - кран-дозатор, 4 - блок анализатора, 5 - хроматографическая колонка, 6 - кожух с теплоизоляционным материалом, 7 - реактор, 8 - детектор, 9 - усилитель, I0 - потенциометр.

С О Д Е Р Ж А Н И Е

	стр.
Фотометрическое определение адипиновой и себациновой кислот	3
Фотометрическое определение бутилнитрита	7
Газохроматографическое определение винилглицидилового эфира этиленгликоля (винилокса)	I0
Полярографическое определение вольфрама	I3
Газохроматографическое определение диэтилентриамина, этилендиамина, триэтилентетрамина	I7
Полярографическое определение диэтилтеллурида	2I
Фотометрическое определение ди(2-этилгексил)фенилфосфата и дифенил(2-этилгексил)фосфата	25
Фотометрическое определение 3,4-диметоксифенилацетонитрила (гомонитрила)	30
Фотометрическое определение 3,4-диметоксибензилхлорида	34
Фотометрическое определение 2,3-дибром-2-бутен-I,4-диола	37
Фотометрическое определение I,2-диметоксибензола (вератрола)	40
Газохроматографическое определение дибутилсебацината	43
Газохроматографическое определение дибутилфталата, диоктилфталата, дибутилсебацината и диоктиладипината	47
Газохроматографическое определение изопропилхлорекса	52
Газохроматографическое определение кетоэфира	55
Газохроматографическое определение компонентов бензометанольной смеси (метанол,изобутанол,углеводороды)	60
Хроматографическое определение которана	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-бутилового и изобутилового спиртов..... I02

Газохроматографическое определение 3-нитро-4-хлорбензотрифторида..... I06

Газохроматографическое определение норборнена и норборнадиена..... I09

Газохроматографическое определение окиси углерода..... II3

Полярографическое определение свинца, олова, меди и кадмия при совместном присутствии..... II7

Спектрофотометрическое определение стиромаля..... I22

Газохроматографическое определение тетраэтилсвинца..... I25

Полярографическое определение титана..... I29

Фотометрическое определение тиодифениламина..... I34

Фотометрическое определение третичных жирных аминов и аминоспиртов (триэтиламина, диметилэтаноламина, диэтилэтаноламина, триэтаноламина)..... I37

Фотометрическое определение трифторметилфенилмочевины... I42

Хроматографическое определение фенурона..... I45

Фотометрическое определение фенилметилмочевины..... I50

Фотометрическое определение хлористого натрия..... I53

Хроматографическое определение хлорэндикового ангидрида. I56

Полярографическое определение хрома (УI и Ш)..... I6I

[illegible] определение цианистого водорода..... I67

Газохроматографическое определение этилена, пропилена и ацетальдегида..... I7I

gost.e-ecolog.ru