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" сентября 1983 г.
№ 2880-83

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ ВОЛЬФРАМА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

М = 183,92

Вольфрам - самый тугоплавкий металл. Плотность 19,1, т.пл.+ 3380°С, т.кип. 6000°С; при нагревании на воздухе выше 400°С образует окись вольфрама (WO_3). В тонко размельченном виде вольфрам растворяется в кипящих растворах едких щелочей; в кислотах нерастворим.

I. Характеристика метода

Определение основано на восстановлении вольфрама на ртутно-капельном электроде в переменнотоковом режиме на фоне, содержащем I н серную кислоту, 0,I М хлорат калия и 0,0I М раствор миндальной кислоты. Потенциал восстановления пика вольфрама равен -0,6 в относительно насыщенного каломельного электрода сравнения.

Отбор проб проводится с концентрированием на фильтр.

Предел измерения - 0,5 мкг в анализируемом объеме пробы.

Предел измерения в воздухе - 0,4 мг/м^3 (при отборе I5 л воздуха)

Диапазон измеряемых концентраций: от 0,4 до 7,0 мг/м^3.

Граница суммарной погрешности измерения не превышает ± 25%.

Определению вольфрама не мешает присутствие I00-кратных количеств никеля, кобальта, железа, хрома, титана, молибдена и алюминия.

Предельно допустимая концентрация вольфрама 6 мг/м^3.

2.Реактивы, растворы и материалы

Натрий вольфрамовокислый 2-водный,ГОСТ I8289-78, чда.

Основной раствор вольфрама с концентрацией I,0 мг/мл готовят растворением I,794 г натрия вольфрамовокислого в I л дистиллированной воды. Раствор устойчив более года.

Стандартный раствор с концентрацией вольфрама I0 мкг/мл готовят путем соответствующего разбавления основного раствора дистиллированной водой. Раствор применяют свежеприготовленным.

Калий пиросернокислый, ГОСТ 7I72-76, чда.

Натрия гидроокись, ГОСТ 4328-77, хч.,5%-ный раствор.

Кислота серная, ГОСТ 4204-77, хч, I М раствор.

Калий хлорат, ГОСТ 4235-65, ч, 0,5 М раствор.

Кислота миндальная, МРТУ 6-09-387I-67, ч, 0,I М раствор (устойчив в течение недели при хранении в темном месте).

Универсальная индикаторная бумага.

Фильтры АФА-ХА-20.

3.Приборы и посуда

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

Аспирационное устройство.

Фильтродержатели.

Колбы мерные, ГОСТ I770-74 , емкостью I00, 50 и 25 мл.

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

Цилиндры мерные, ГОСТ I770-74 , емкостью I0, I5 и 25 мл.

Воронки стеклянные, ГОСТ 86I3-75, диаметром 56 мм.

Печь муфельная.

Баня песчаная.

Ступка фарфоровая.

Тигли кварцевые.

Источник инертного газа.

4.Проведение измерения

Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 5 л/мин аспирируют через фильтр АФА-ХА-2С укрепленный в фильтродержателе. Для определения 1/2 ПДК достаточно отобрать 15 л воздуха.

Условия анализа

Фильтр с отобранной пробой переносят в кварцевый тигель, озоляют в муфельной печи при постепенном повышении температуры до 500°С. Зольный остаток смешивают с ~0,2 г тонко растертого пиросульфата калия, помещают в муфельную печь (~300°С), повышая температуру до 600°С, и оставляют на 20 мин до полного сплавления смеси. Затем плав обрабатывают при нагревании 5%-ным раствором едкого натра, раствор количественно переносят в колбу и доводят объем до 25 мл.

Определение содержания вольфрама в анализируемом объеме пробы проводят методом добавок или по предварительно построенному градуировочному графику. Аликвотную часть пробы (0,2-2,0 мл) нейтрализуют по универсальной индикаторной бумажке раствором 1 М серной кислоты, добавляют 5 мл 1 М раствора серной кислоты, 2 мл 0,5 М раствора хората калия и 1 мл 0,1 М раствора миндальной кислоты. Объем доводят до 10 мл дистиллированной водой. Подготовленный к полярографированию раствор заливают в электролизер, продувают инертным газом в течение 5-7 мин и полярографируют. Режим полярографирования: поляризующее напряжение от -0,4 до -1,0 в; скорость развертки 4 мв/с; амплитуда 12 мв; период капания 3-4 с; скорость диаграммной ленты 720 мм/час; диапазон тока (0,5÷ 40)х100. Высоту пика измеряют при потенциале восстановления вольфрама, равном -0,6

Для построения градуировочного графика готовят шкалу стандартов согласно таблице 3 . Стандарты шкалы обрабатывают аналогично пробам.

Таблица 3

Шкала стандартов

Номер стандарта	I	2	3	4	5	6	7
Ст.раствор вольфрама с конц.IO мкг/мл, мл	0	0,05	0,I	0,25	0,5	0,6	0,8
Вода дистиллированная, мл	2,0	I,95	I,90	I,75	I,5	I,4	I,2
Содержание вольфрама, мкг	0	0,5	I,0	2,5	5	6	8

При использовании метода добавок подготовленный к полярографированию раствор заливают в ячейку (объемом V_x), продувают инертным газом, записывают полярограмму (высота пика H_x), затем в ячейку добавляют небольшой объем ($V_{ст}$) стандартного раствора вольфрама с известной концентрацией ($C_{ст}$) и после продувки инертным газом снова записывают полярограмму (суммарная высота пика H_ε). Стандартный раствор добавляют в таком количестве, чтобы высота пика увеличилась в I,5-2 раза при записи полярограммы на том же диапазоне тока прибора. Концентрацию (C_x) вольфрама в I мл полярографируемого раствора рассчитывают по формуле (I):

$$C_x = \frac{H_x \cdot C_{ст} \cdot V_{ст}}{(H_\varepsilon - H_x) \cdot V_x + H_\varepsilon \cdot V_{ст}};$$

Концентрация вольфрама в мг/м^3 воздуха (X) вычисляют по формуле (2):

$$X = \frac{C_x \cdot V_1 \cdot V_3}{V_{20} \cdot V_2};$$

где: C_x - концентрация вольфрама в анализируемом объеме пробы, мкг/мл;

V_1 - общий объем анализируемого раствора пробы, мл;

V_2 - аликвотная часть пробы, взятая для подготовки полярографируемого раствора, мл;

V_3 - объем раствора, подготовленный к полярографированию, 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

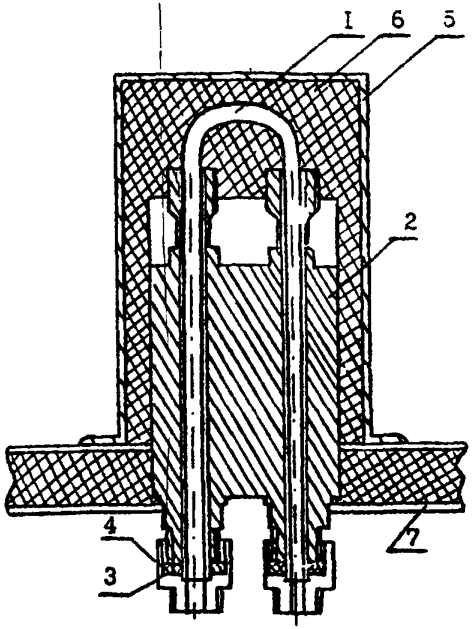

Рис.I. Общий вид установки реактора в испаритель.
I - реактор, 2 - испаритель, 3 - букса, 4 - штуцер, 5 - кожух испарителя, 6 - шлаковата, 7 - крышка блока анализатора.

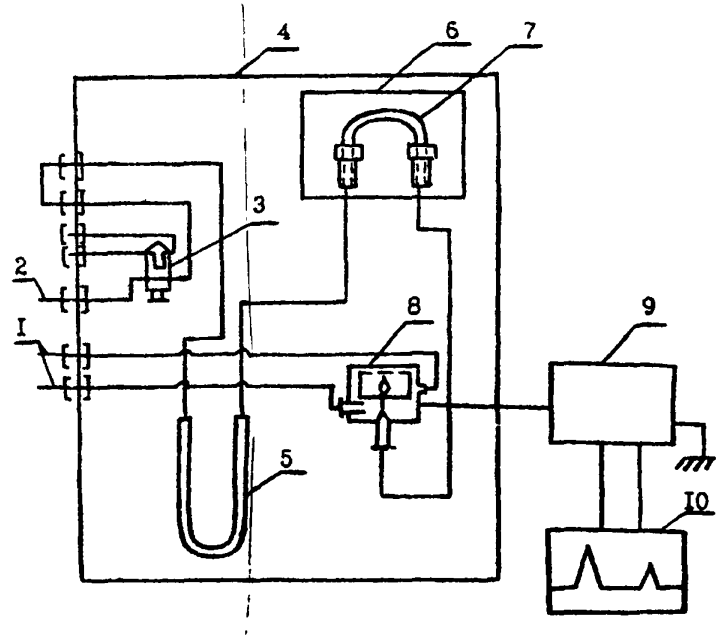

Рис.2. Схема подключения реактора.
I - подача воздуха, 2 - подача водорода, 3 - кран-дозатор, 4 - блок анализатора, 5 - хроматографическая колонка, 6 - кожух с теплоизоляционным материалом, 7 - реактор, 8 - детектор, 9 - усилитель, I0 - потенциометр.

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