

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ
В ВОЗДУХЕ**

Выпуск XIX

Москва, 1984 г.

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

Москва, 1963 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. Зав. 1943 Тир. 1000

Типография Министерства Здравоохранения СССР.

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного
государственного
санитарного врача СССР

Зайчук — А.И.ЗАЙЧУК
"06" *сентября* 1983 г.
№ 1907.83

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ ТИТАНА В
ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Ti

 $M = 47,9$

Титан — серебристый металл. Плотность 4,5; т.пл. 1725°C ,
т.кип. 3260°C , растворим в серной, соляной и плавиковой кислотах,
лучше в смеси плавиковой и азотной кислот.

I. Характеристика метода

Определение основано на восстановлении титана на ртутно-ка-
пельном катоде в постояннотоковом режиме на фоне, содержащем I н
серную кислоту, 0,2 М раствор хлората калия и 0,2 М раствор щаве-
левой кислоты. Потенциал полуводородного восстановления титана равен
-0,2 в относительно насыщенного каломельного электрода сравнения.

Отбор проб проводится с концентрированием на фильтр.

Предел измерения — 1,0 мкг в анализируемом объеме пробы.

Предел измерения в воздухе — 0,5 мг/м³ (при отборе 50 л
воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций: от 0,5 до 40 мг/м³.

Граница суммарной погрешности измерения не превышает $\pm 25\%$.

Определению титана не мешает присутствие 100-кратного коли-
чества железа, меди, цинка, никеля, кобальта, свинца, хрома, ми-
ганина, вольфрама. Присутствие 2-кратных количеств молибдена зачи-
щает результаты определения титана ~ на 10%.

Предельно допустимая концентрация титана и его двуокиси в воздухе 10 мг/м³.

2.Реактивы, растворы и материалы

Титаний сернокислый, 2-водный, МРТУ 6-09-6369-69, ч.

Основной раствор с концентрацией титана 1 мг/мл готовят растворением 0,408 г титанила сернокислого в 8 мл концентрированной серной кислоты при нагревании до исчезновения муты, затем доводят объем раствора водой до 100 мл. Раствор устойчив более года.

Стандартный раствор с концентрацией титана 10 мкг/мл готовят путем соответствующего разбавления основного раствора 1 М раствором серной кислоты. Раствор применяют свежеприготовленным.

Натрий углекислый безводный, ГОСТ 83-79, хч.

Калий азотнокислый, ГОСТ 4217-77, хч.

Плавень: готовят растиранием в ступке двух весовых частей натрия углекислого и одной весовой части калия азотнокислого. Плавень хранят в склянке с притертой пробкой.

Кислота серная, ГОСТ 4204-77, чда, уд.веса 1,84, и 10%-ный и 1 М растворы.

Кислота щавелевая, ГОСТ 22180-76, хч, 0,5 М раствор.

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

Фильтры АФА-ХА-20.

Азот газообразный ГОСТ 9293-74

3.Приборы и посуда

Полярограф ППТ-1 с ртутным капельным электродом.

Аспирационное устройство.

Фильтродержатели.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74 , емкостью 25, 50 и 100 мл.

Пипетки, ГОСТ 20292-74 , емкостью 1, 2, 5 и 10 мл.

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74 , емкостью 10,15 и 25 мл.

Воронки стеклянные, ГОСТ 6613-75, диаметром 56 мм.

Печь муфельная.

Баня песчаная.

Ступка фарфоровая.

Тигли фарфоровые с крышками.

4. Проведение измерения

Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 10 л/мин аспирируют через фильтр АФА-ХА 20, укрепленный в фильтродержателе. Для определения I/2 ПДК достаточно отобрать 5 л воздуха.

Условия анализа

Фильтр с отобранный пробой переносят в фарфоровый тигель, добавляют по 0,2 мл серной и соляной концентрированных кислот и выпаривают на песчаной бане. Затем озолят пробу в муфельной печи (предварительно закрыв тигли крышками) в течение 1 часа при постепенном повышении температуры до 600⁰С. Зольный остаток тщательно смешивают с ~0,2 г плавния, помещают в муфельную печь (~300⁰С), температуру которой постепенно повышают до 600⁰С и оставляют на 30 мин до полного сплавления смеси. Затем плав растворяют в 10%-ной серной кислоте при нагревании (дважды упаривая до влажных солей). Содержимое количественно переносят в мерную колбу, доводя объем пробы до 50 мл 1 М раствором серной кислоты.

Аликвотную часть пробы (0,5-2 мл) доводят до 5 мл 1 М раствором серной кислоты, добавляют по 2 мл 0,5 М растворов щавелевой кислоты и хлората калия, перемешивают и доводят объем до 10 мл дистиллированной водой. Подготовленный к полярографированию раствор заливают в электролизер, пропускают инертным газом в течение 5-7 мин и полярографируют. Режим полярографирования постоянноточковый: поляризующее напряжение от +0,1 до -0,6 В; скорость развертки 4 мВ/с; период капания 3-4 с; скорость диаграммной ленты 720 мм/час; диапазон тока (0,5-40)×1. Высоту волны измеряют при

потенциале полуволны, равном -0,2 В.

Определение содержания титана в анализируемом растворе пробы проводят методом добавок или по предварительно построенному градуировочному графику, для построения которого готовят шкалу стандартов согласно таблице I6.

Таблица I6

Шкала стандартов

Номер стандарта	1	2	3	4	5	6	7
Стандартный раствор титана с конц. 10мкг/мл, мл	0	0,1	0,5	0,8	1,0	1,5	2,0
I М раствор серной кислоты, мл	5,0	4,9	4,5	4,2	4,0	3,5	3,0
Содержание титана, мкг	0	1	5	8	10	15	20

Стандарты шкалы обрабатывают аналогично пробам.

При использовании метода добавок подготовленный к полярографированию раствор заливают в ячейку (объемом V_x), продувают инертным газом, записывают полярограмму (высота волны H_x), затем в ячейку добавляют небольшой объем (V_{ct}) стандартного раствора титана с известной концентрацией (C_{ct}) и после продувки инертным газом снова записывают полярограмму (суммарная высота волн H_c). Стандартный раствор добавляют в таком количестве, чтобы высота волны увеличилась в 1,5-2 раза при записи полярограмм на том же диапазоне тока прибора. Концентрации (C_x) титана в I мл полярографируемого раствора рассчитывают по формуле (I):

$$C_x = \frac{H_x \cdot C_{ct} \cdot V_{ct}}{(H_c - H_x) \cdot V_x + H_c \cdot V_{ct}} \quad (I)$$

Концентрацию титана в $\text{мг}/\text{м}^3$ воздуха (X) вычисляют по формуле (2):

$$X = \frac{C_x \cdot V_1 \cdot V_3}{V_{20} \cdot V_2} ; \quad (2)$$

где: C_x - концентрация титана в полярографируемом растворе, мкг/мл;

V_1 - общий объем анализируемого раствора пробы, мл;

V_2 - аликовотная часть анализируемого раствора 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).

Для пересчета концентрации титана на двуокись титана полученный результат умножают на коэффициент $K=1,67$.

Приложение I

Приведение объема воздуха к стандартным условиям проводят по следующей формуле:

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

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, $^{\circ}\text{C}$

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

КОЭФФИЦИЕНТЫ

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

° C	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
1.	Полиоксиамид	ТУ на метод определения пыль в воздухе промышленных предприятий. Выпуск IV, 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-150М)	- " -
6.	Поликсадиазол (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 бутил-нитрита	Университет дружбы народов им.П.Лумумбы
Газохроматографическое определение винилглицидилового эфира этиленгликоля (винилокса)	Ангарский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Поляграфическое определение вольфрама	ВЦНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
Газохроматографическое определение диэтилентриамина, этилендиамина, триэтилентетрамина	Уфимский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Поляграфическое определение диэтилтеттурида	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-диметокси-фенилацетонитрила (гомонитрила)	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР. г.Москва - " -
Фотометрическое определение 3,4-диметоксибензилхлорида	Одесский медицинский институт
Фотометрическое определение 2,3-дибром-2-бутен-1,4-диола	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
Фотометрическое определение 1,2-диметоксибензола (вератрола)	Белорусский санитарно-гигиенический институт
Газохроматографическое определение дибутилсебацината	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
Газохроматографическое определение дибутилфталата, диоктилфталата, дибутилсебацината и диоктиладипината	ГОСНИИ ХЛОРПРОЕКТ, г.Киев
Газохроматографическое определение изопропилхлорекса	Уфимский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение кетоэфира	

1	2
Газохроматографическое определение компонентов бензометанольной смеси (метанол, изобутанол, углеводороды)	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
Хроматографическое определение кеторана	Ташкентский медицинский институт
Фотометрическое определение канифоли	Ангарский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение летучих жирных кислот	- " -
Спектрофотометрическое определение масляного аэрозоля	ВНИИГ, г.Москва
Полярографическое определение марганца и железа	ВДНИИОТ 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	ВДНИИОТ 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 норборнен ⁹ 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 стиromалла	Ангарский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение тетраэтилсвинца	- " -

I	2
Поляграфическое определение титана	ВЦНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
Фотометрическое определение тиодифениламина	Донецкий НИИ гигиены тру и профзаболеваний
Фотометрическое определение третичных жирных аминов и аминоспиртов (триэтиламина,диметилэтаноламина,диэтилэтаноламина,триэтаноламина)	- " -
Фотометрическое определение трифторметилфенилмочевины	Университет дружбы народ им.П.Думумбы
Хроматографическое определение фенурона	- " -
Фотометрическое определение фенилметилмочевины	- " -
Фотометрическое определение хлористого натрия	Донецкий НИИ гигиены тру и профзаболеваний
Хроматографическое определение хлорэндикового ангидрида	ВНИИ ГИИТОКС, г.Киев
Поляграфическое определение хрома (VI и III)	ВЦНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
Фотометрическое определение цианистого водорода	Ленинградский НИИ гигиени труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение этилена,пропилена и ацетальдегида	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР г.Москва

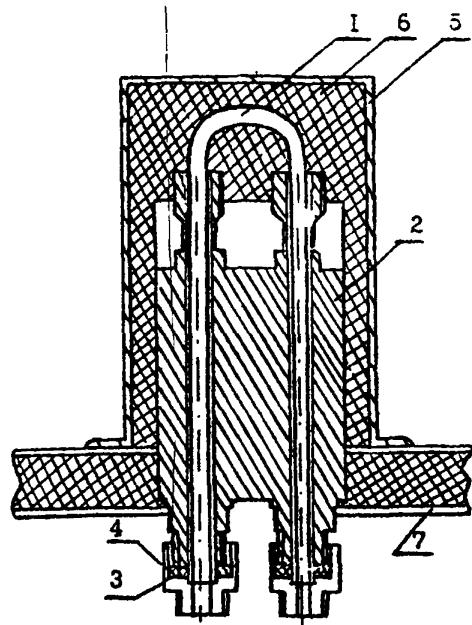


Рис.1. Общий вид установки реактора в испаритель.
 1 - реактор, 2 - испаритель, 3 - букса, 4 - штуцер, 5 - кожух испарителя, 6 - шлаковата, 7 - крышка блока анализатора.

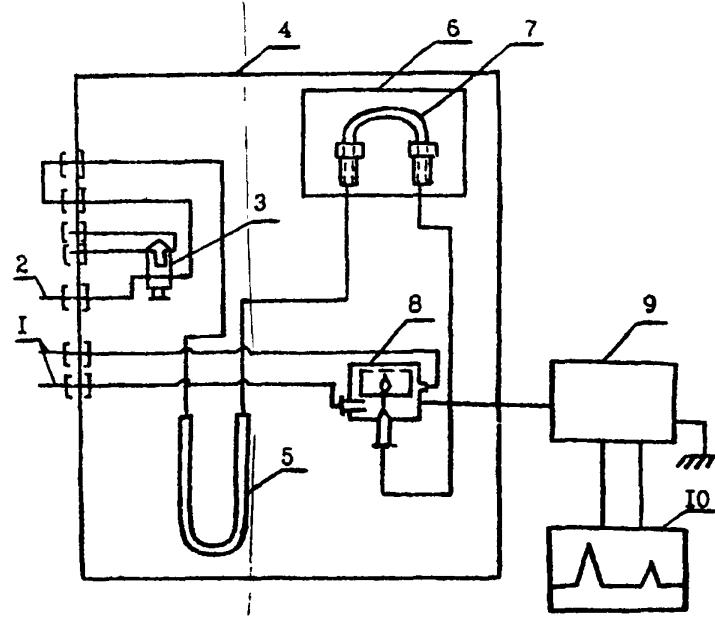


Рис.2. Схема подключения реактора.
 1 - подача воздуха, 2 - подача водорода, 3 - кран-дозатор, 4 - блок анализатора, 5 - хроматографическая колонка, 6 - кожух с теплоизоляционным материалом, 7 - реактор, 8 - детектор, 9 - усилитель, 10 - потенциометр.

СОДЕРЖАНИЕ

	стр.
Фотометрическое определение адипиновой и себациновой кислот.....	3
Фотометрическое определение бутилнитрита.....	7
Газохроматографическое определение винилглицидилового эфира этиленгликоля (винилокса).....	10
Полярографическое определение вольфрама.....	13
Газохроматографическое определение диэтилентриамина, этилендиамина, триэтилентетрамина.....	17
Полярографическое определение диэтилтеллурида.....	21
Фотометрическое определение ди(2-этилгексил)фенилfosфата и дифенил(2-этилгексил)fosфата.....	25
Фотометрическое определение 3,4-диметоксифенилацетонитрила (гомонитрила).....	30
Фотометрическое определение 3,4-диметоксибензилхлорида..	34
Фотометрическое определение 2,3-дibром-2-бутен-1,4-диола.....	37
Фотометрическое определение 1,2-диметоксибензола (вератрола).....	40
Газохроматографическое определение дибутилсебацината....	43
Газохроматографическое определение дибутилфталата, диоктилфталата, дибутилсебацината и диоктиладипината.....	47
Газохроматографическое определение изопропилхлорекса....	52
Газохроматографическое определение кетозифира.....	55
Газохроматографическое определение компонентов бензометанольной смеси (метанол, изобутанол, углеводороды)....	60
Хроматографическое определение каторана.....	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-бутило- вого и изобутилового спиртов.....	102
Газохроматографическое определение 3-нитро-4-хлорбензо- трифторида.....	106
Газохроматографическое определение норборнена и нор- борнадиена.....	109
Газохроматографическое определение окиси углерода.....	113
Полярографическое определение свинца, олова, меди и кадмия при совместном присутствии.....	117
Спектрофотометрическое определение стиромоли.....	122
Газохроматографическое определение тетраэтилсвинца.....	125
Полярографическое определение титана.....	129
Фотометрическое определение тиодифениламина.....	134
Фотометрическое определение третичных азирных аминов и аминоспиртов (триэтиламина, диметилэтаноламина, диэтил- этаноламина, триэтаноламина).....	137
Фотометрическое определение трифторметилфениламочевинны...	142
Хроматографическое определение фенуриона.....	145
Фотометрическое определение фенилметиламочевинны.....	150
Фотометрическое определение хлористого натрия.....	153
Хроматографическое определение хлорендикиового ангидрида.	156
Полярографическое определение хрома (VI и III).....	161
Фотометрическое определение цианистого водорода.....	167
Газохроматографическое определение этилена, пропилена и ацетальдегида.....	171