

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

---

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

**Выпуск XIX**

Москва, 1984 г.

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕЙ 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. Звк. 1943 Тир. 1000

Типография Министерства Здравоохранения СССР.

## УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного  
государственного  
санитарного врача СССР

*А.И.ЗАЙЧЕНКО*  
"08" *сентябрь* 1983 г.  
2882-83

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
ПО ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ ДИЭТИЛТЕЛЛУРИДА  
В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



M = 185,69

Диэтилтэллурид – красновато-желтая жидкость с температурой кипения 137–138°C. Плотность 1,599 г/см<sup>3</sup>. Ограниченно растворим в кислотах и спирте. В воздухе находится в виде паров. На воздухе быстро окисляется с образованием твердых нелетучих продуктов.

#### I. Характеристика метода

Определение основано на разложении диэтилтэллурида (ДЭТ) концентрированной азотной кислотой при нагревании и восстановлении тэллура на ртутно-капельном катоде в переменнотоковом режиме на фоне I и соляной кислоты. Потенциал восстановления пика тэллура –0,8 В по отношению к донной ртути.

Отбор проб проводится с концентрированием на силикагеле.

Предел измерения – 0,0045 мкг/мл пробы.

Предел измерения в воздухе – 0,00025 мг/м<sup>3</sup> (при отборе 90 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций: от 0,00025 до 0,40 мг/м<sup>3</sup>.

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

Определению не мешают селен, селенистый ангидрид, диэтилтэллуроксид.

Предельно допустимая концентрация диэтилтеллурида в воздухе - 0,0005 мг/м<sup>3</sup>.

## 2. Реактивы, растворы и материалы

Теллур металлический, х.ч.

Основной раствор с концентрацией теллура 100 мкг/мл готовят путем растворения 0,1 г металла при нагревании на водяной бане в 10 мл концентрированной соляной кислоты с добавлением 1-2 капель концентрированной азотной кислоты. Раствор переносят в мерную колбу емкостью 1000 мл, разбавляют водой до метки и тщательно перемешивают. Раствор устойчив в течение 6 месяцев.

Стандартные растворы: №1 с концентрацией теллура 10 мкг/мл, №2 - с концентрацией 1 мкг/мл и №3 - с концентрацией 0,1 мкг/мл, готовят соответствующим разбавлением основного раствора, а затем стандартного раствора №1 1н соляной кислотой. Растворы применяют свежеприготовленными.

Кислота азотная, ГОСТ 4461-77, х.ч, уд.веса 1,40.

Кислота соляная, ГОСТ 3118-77, х.ч, уд.веса 1,19 и 1н раствор.

Силикагель марки АСК, ГОСТ 3956-76, с размером зерен 0,25-0,50 мм. Силикагель предварительно очищают кипячением в концентрированной соляной кислоте, а затем в концентрированной азотной кислоте, промывают горячей дистиллированной водой до нейтральной реакции, сушат при 105°C и активируют при 250-300°C в течение 30 минут. Регенерацию силикагеля проводят тем же способом. Каждую порцию регенерированного силикагеля проверяют на отсутствие теллура.

Газообразный азот, ГОСТ 9293-74, или гелий в баллонах с редукторами.

Ртуть очищенная, ГОСТ 4658-49.

Фильтры АФА-ВЛ-20.

## 3. Приборы и посуда

Полярограф с ртутным капельным электродом с записью полярограммы в переменнотоковом режиме.

Аспирационное устройство.

Фильтродержатели.

Поглотительные приборы для зерненых сорбентов в "кипящем слое" (видоизмененные Зайцева).

Колбы Къельдаля, емкость 50 мл.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 1000, 100 и 25 мл.

Пробирки мерные, емкость 15 мл.

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

Стаканы химические, емкостью 50 мл.

Баня песчаная.

Баня водяная.

Склянка Тищенко.

#### 4. Проведение измерения

##### Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 5 л/мин аспирируют через два последовательно соединенных поглотительных прибора, заполненных по 2 г силикагеля каждый. Перед поглотительными приборами помещают фильтр АФА-ВП-20, укрепленный в фильтродержателе, для отсечения пыли и аэрозолей. Для определения I/2 ПДК необходимо отобрать 90 л воздуха. Отобранныю пробу следует анализировать в день отбора.

##### Условия анализа

Силикагель из поглотительных приборов переносят в стаканчик, заливают 5 мл концентрированной азотной кислоты, перемешивают, выдерживают 10-15 мин и раствор декантывают в колбу Къельдаля. Силикагель дважды промывают концентрированной азотной кислотой порциями по 2 мл, прибавляют эти растворы к основному и упаривают до влажных солей на песчаной бане при температуре 200-250°C. Дважды смывают стенки колбы 1 мл воды, каждый раз упаривал до влажных солей. Остаток в колбе растворяют в 5 мл 1 к соляной кислоты, продувают азотом в течение 5 минут и полярографируют.

Режим полярографирования: поляризующее напряжение от -0,6 до -1,0 В; скорость развертки - 2 мВ/с; амплитуда 4 мВ; период калания 3-4 с; скорость диаграммной ленты 720 мм/час; диапазон тока (0,5±40)×100. Высоту пика измеряют при потенциале восстановления теллура, равном -0,8 В.

Концентрацию диэтилтеллурата в  $\text{мг}/\text{м}^3$  воздуха ( $X$ ) определяют методом добавок и вычисляют по формуле:

$$X = \frac{C_{\text{ст}} \cdot V_{\text{ст}} \cdot H_1 \cdot K}{(H_2 - H_1) \cdot (V_p + V_{\text{ст}}) \cdot V_{20}};$$

где:  $H_1$  - высота полярограммы без добавки теллура, мм;  
 $H_2$  - высота полярограммы с добавкой теллура, мм;  
 $C_{\text{ст}}$  - концентрация стандартного раствора,  $\mu\text{г}/\text{мл}$ ;  
 $V_{\text{ст}}$  - объем стандартного раствора, мл;  
 $V_p$  - объем пробы, взятый для анализа, мл;  
 $V_{20}$  - объем воздуха, л, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям по формуле (см.приложениeI)  
 $K$  - коэффициент пересчета теллура на диэтилтеллурат,  
равный I,45.

## 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.

$t^{\circ}$  - 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	I.I582	I.I646	I.I709	I.I772	I.I836	I.I899	I.I963	I.2026	I.2058	I.2122	I.2185
-26	I.I393	I.I456	I.I519	I.I581	I.I644	I.I705	I.I768	I.I831	I.I862	I.I925	I.I986
-22	I.I212	I.I274	I.I336	I.I396	I.I458	I.I519	I.I581	I.I643	I.I673	I.I735	I.I795
-18	I.I036	I.I097	I.II58	I.I278	I.I278	I.I338	I.I399	I.I460	I.I490	I.I551	I.I611
-14	I.0866	I.0926	I.0986	I.I045	I.II05	I.II64	I.I224	I.I284	I.I313	I.I373	I.I432
-10	I.0701	I.0760	I.0819	I.0877	I.0936	I.0994	I.I053	I.III2	I.II41	I.I200	I.I258
-6	I.0540	I.0599	I.0657	I.0714	I.0772	I.0829	I.0887	I.0945	I.0974	I.I032	I.I089
-2	I.0385	I.0442	I.0499	I.0556	I.0613	I.0669	I.0726	I.0784	I.0812	I.0869	I.0925
0	I.0309	I.0366	I.0423	I.0477	I.0535	I.0591	I.0648	I.0705	I.0733	I.0789	I.0846
+2	I.0234	I.0291	I.0347	I.0402	I.0459	I.0514	I.0571	I.0627	I.0655	I.0712	I.0767
+6	I.0087	I.0143	I.0198	I.0253	I.0309	I.0363	I.0419	I.0475	I.0502	I.0557	I.0612
+10	0.9944	0.9999	I.0054	I.0108	I.0162	I.0216	I.0272	I.0326	I.0353	I.0407	I.0462
+14	0.9806	0.9860	0.9914	0.9967	I.0027	I.0074	I.0128	I.0183	I.0209	I.0263	I.0316
+18	0.9671	0.9725	0.9778	0.9830	0.9884	0.9936	0.9989	I.0043	I.0069	I.0122	I.0175
+20	0.9605	0.9658	0.9711	0.9763	0.9816	0.9868	0.9921	0.9974	I.0000	I.0053	I.0105
+22	0.9539	0.9592	0.9645	0.9696	0.9749	0.9800	0.9853	0.9906	0.9932	0.9985	I.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- <i>β</i> -нафтиламина. Выпуск УП, 1971 г. стр.60.

## Приложение 4

**Перечень  
учреждений, представивших методические указания  
в данный сборник**

<b>Методические указания</b>	<b>Учреждение, представившее методическое указание</b>
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
Поляграфическое определение вольфрама	ВЦНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
Газохроматографическое определение диэтилентриамина, этилендиамина, триэтилентетраамина	Уфимский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Поляграфическое определение диэтилтеттурида	ЦИУВ, кафедра промгигиены г.Москва
Фотометрическое определение ди(2-этилгексил)фенилfosфата и дифенил(2-этилгексил)fosфата	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 дибутилсебацинаты	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
Газохроматографическое определение дибутилфталата, диоктилфталата, дибутилсебацинаты и диоктиладипината	ГОСНИИ ХЛОРИПРОЕКТ, 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 каторана	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 <sup>g</sup> 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 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
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

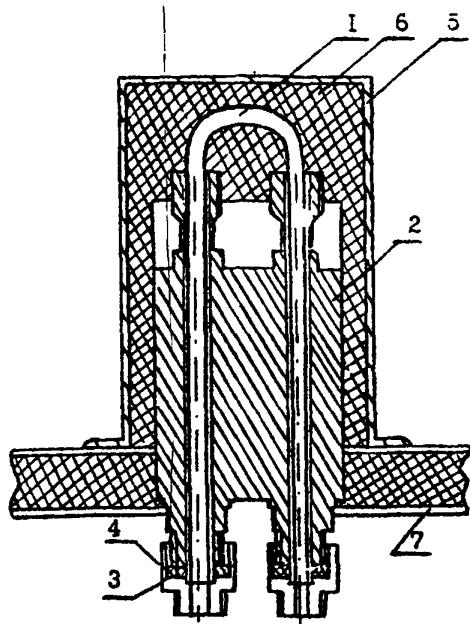


Рис.1. Общий вид установки реактора в испаритель.  
1 - реактор, 2 - испаритель, 3 - букса,  
4 - штуцер, 5 - кожух испарителя,  
6 - шлаковата, 7 - крышка блока анализа-

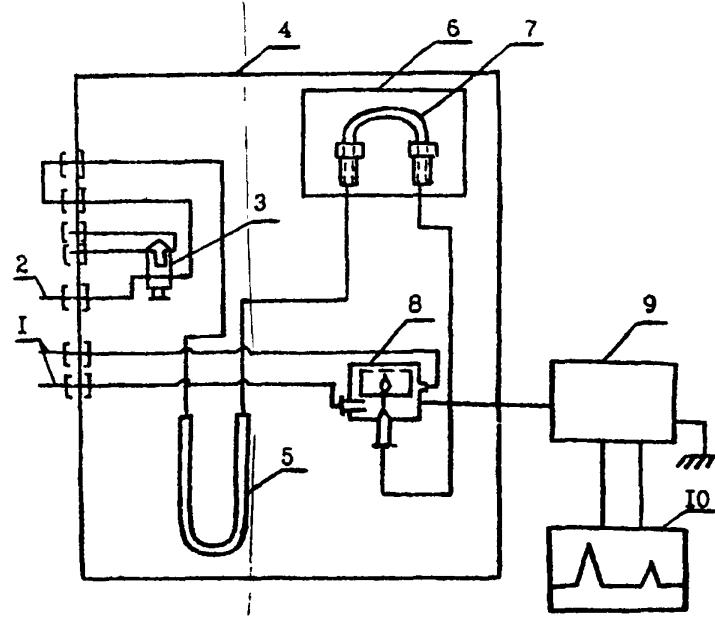


Рис.2. Схема подключения реактора.  
1 - подача воздуха, 2 - подача водорода,  
3 - кран-дозатор, 4 - блок анализатора,  
5 - хроматографическая колонка, 6 - кожух  
с теплоизоляционным материалом, 7 - реактор,  
8 - детектор, 9 - усилитель, 10 - потенциометр.

## 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 тетраэтилсвинцида.....	125
Полярографическое определение титана.....	129
Фотометрическое определение тиодифениламина.....	134
Фотометрическое определение третичных азирных аминов и аминоспиртов (триэтиламина, диметилэтаноламина, диэтил- этаноламина, триэтаноламина).....	137
Фотометрическое определение трифторметилфениламочевины...	142
Хроматографическое определение фенурона.....	145
Фотометрическое определение фенилметиламочевины.....	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