

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

*Зайченко* А.И.ЗАЙЧЕНКО  
"06" *сентябрь* 1983 г.  
Р 2880-83

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
ПО ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ ВОЛЬФРАМА  
В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

$M = 183,92$

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

1. Характеристика метода

Определение основано на восстановлении вольфрама на ртутно-капельном электроде в переменнотоковом режиме на фоне, содержащем I и серную кислоту, 0,1 М хлорат калия и 0,01 М раствор минцальной кислоты. Потенциал восстановления пика вольфрама равен -0,6 в относительно пасынчного каломельного электрода сравнения.

Отбор проб проводится с концентрированием на фильтре.

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

Предел измерения в воздухе - 0,4 мг/м<sup>3</sup> (при отборе 15 л воздуха)

Диапазон измеряемых концентраций: от 0,4 до 7,0 мг/м<sup>3</sup>.

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

Определение вольфрама не мешает присутствие 100-кратных количеств никеля, кобальта, железа, хрома, титана, молибдена и алюминия.

Предельно допустимая концентрация вольфрама 6 мг/м<sup>3</sup>.

### 2.Реактивы, растворы и материалы

Натрий вольфрамокислый 2-водный, ГОСТ 18289-78, чда.

Основной раствор вольфрама с концентрацией 1,0 мг/мл готовят растворением 1,794 г натрия вольфрамокислого в 1 л дистиллированной воды. Раствор устойчив более года.

Стандартный раствор с концентрацией вольфрама 10 мкг/мл готовят путем соответствующего разбавления основного раствора дистиллированной водой. Раствор применяют свежеприготовленным.

Калий пермanganокислый, ГОСТ 7172-76, чда.

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

Кислота серная, ГОСТ 4204-77, хч, 1 М раствор.

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

Кислота минцальная, МРТУ 6-09-3871-67, ч, 0,1 М раствор (устойчив в течение недели при хранении в темном месте).

Универсальная индикаторная бумага.

Фильтры АФА-ХА-20.

### 3.Приборы и посуда

Полярограф ППТ-1 с ртутным капельным электродом с записью полярограмм в переменнотоковом режиме.

Аспирационное устройство.

Фильтродержатели.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 100, 50 и 25 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 8613-75, 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-20 укрепленный в фильтродержателе. Для определения 1/2 ПДК достаточно отобрать 15 л воздуха.

##### Условия анализа

Фильтр с отобранный пробой переносят в кварцевый тигель, озоляют в муфельной печи при постепенном повышении температуры до  $500^{\circ}\text{C}$ . Зольный остаток смешивают с  $\sim 0,2$  г тонко растертого пироксульфата калия, помещают в муфельную печь ( $\sim 300^{\circ}\text{C}$ ), повышая температуру до  $600^{\circ}\text{C}$ , 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  $(0,5 \div 40) \times 100$ . 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.

## Шкала стандартов

Номер стандарта	1	2	3	4	5	6	7
Ст. раствор вольфрама с конц. 10 мкг/мл, мл	0	0,05	0,1	0,25	0,5	0,6	0,8
Вода дистиллированная, мл	2,0	1,95	1,90	1,75	1,5	1,4	1,2
Содержание вольфрама, мкг	0	0,5	1,0	2,5	5	6	8

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

$$C_x = \frac{H_x \cdot C_{ct} \cdot V_{ct}}{(H_e - H_x) \cdot V_x + H_e \cdot V_{ct}};$$

Концентрация вольфрама в мг/м<sup>3</sup> 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;

$V_2$  - занесенная 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:

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

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	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- <i>β</i> -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 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>9</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 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

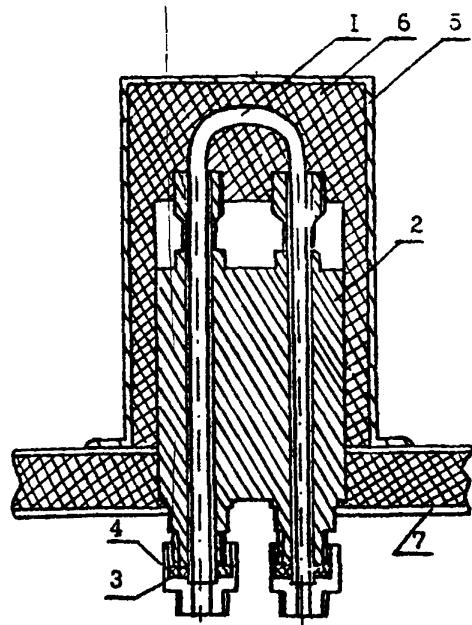


Рис.1. Общий вид установки реактора в испаритель.  
1 - реактор, 2 - испаритель, 3 - букса, 4 - штуцер, 5 - кожух испарителя, 6 - шлаковата, 7 - крышка блока анализатора.

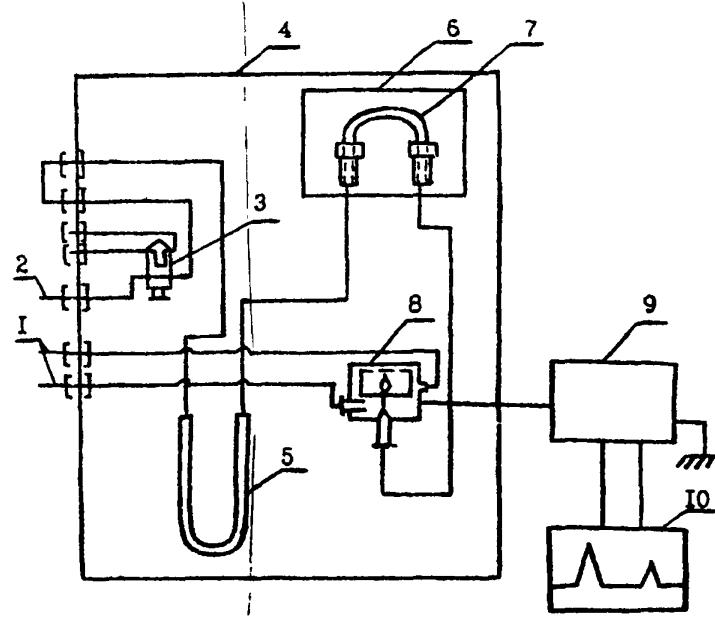


Рис.2. Схема подключения реактора.  
1 - подача воздуха, 2 - подача водорода, 3 - кран-дозатор, 4 - блок анализатора, 5 - хроматографическая колонка, 6 - кожух с теплоизоляционным материалом, 7 - реактор, 8 - детектор, 9 - усилитель, 10 - потенциометр.

## 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