МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

Выпуск XVI

Москва, 1980

жет спцри

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

Москва, 1980 г.

Сборник методических указаний составлен методической секцией по промышленно-санитарной химии при проблемной комиссии "Научные основы гигиены труда и профессиональной патологии".

Выпуск XVI

Настоящие методические указания распространяются на определение содержания вредных веществ в воздухе промышленных помещений при санитарном контроле.

Редакционная коллегия: Тарасов В.В., Бабина М.Д., Набиев М.Н., Дьякова Г.А., Овечкин В.Г.

УТВЕРЖДАЮ:
Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР
_____ А.И.ЗАЙЧЕНКО
"23" сентября 1980 г.
№ 2246-80

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФТОРИСТОГО ВОДОРОДА В ВОЗДУХЕ.

Фтористый водород - газ с резким запахом, М.м. 20,0, плотность 0,71, Т.пл. 92,3°С, Т.кип. 19,4°С, хорошо растворим в воде.

I. Общая часть

I. Определение основано на реакции фтористого водорода с ализарин-комплексонатом лантана с образованием тройного комплексного соединения синего цвета.

2. Предел обнаружения 0,2 мкг в анализируемом объеме раствора.

3. Предел обнаружения в воздухе 0,003 мг/м^3 (расчетный)

4. Погрешность определения ± I0%

5. Определению не мешает десятикратный избыток растворенного хлора, сульфат-, сульфит-, карбонат-, бикарбонат- ионов, пятикратный избыток фосфат-ионов. Мешающее влияние соединений алюминия устраняется в ходе отбора пробы.

6. Диапазон измеряемых концентраций 0,003- I,6 мг/м^3

7. Предельно допустимая концентрация в воздухе 0,005 мг/м^3.

II. Реактивы и аппаратура.

8. Применяемые реактивы и растворы:

Натрий фтористый, х.ч., ГОСТ 4463-76

Стандартный раствор № I: 0,02I0 г химически чистого фтористого натрия растворяют в I000 мл дистиллированной воды. I мл этого раствора соответствует I0 мкг/мл HF . Устойчив 3 месяца.

Стандартный раствор № 2, содержащий I мкг/мл, готовят разбавлением раствора № I в I0 раз дистиллированной водой. Приготовленные стандартные растворы следует хранить в полиэтиленовой посуде. Устойчив 2 недели.

Глицерин, ГОСТ 6259-75

Натрий уксуснокислый, 3-водный, ГОСТ I99-68

Уксусная кислота ледяная, ГОСТ 6I-69

Буферный раствор, pH 4,5, 60 г уксуснокислого натрия и 35 мл уксусной кислоты, растворяют в I л дистиллированной воды.

Аммиак водный, ГОСТ 3760-64

Ализаринкомплексон, МРТУ 6-09-05-489-76, 0,643%-ный раствор. 0,643 г ализаринкомплексона суспензируют с 50 мл дистиллированной воды, добавляют 0,25 мл концентрированного водного раствора аммиака и 40 мл дистиллированной воды, нагревают на водяной бане до растворения навески, вводят 0,25 мл ледяной уксусной кислоты, быстро перемешивают и после охлаждения разбавляют водой до I00 мл, Раствор отфильтровывают в сухую колбу. В плотно закрытой посуде в темном месте индикатор устойчив длительное время.

Лантан азотнокислый 6-водный, МРТУ 6-09-3338-66, 0,72%-ный раствор. 0,72 г азотнокислого лантана растворяют в I00 мл дистиллированной воды.

Составной реактив . В бутыль емкостью не менее 5 литров последовательно вводят, перемешивая после добавления каждого компонен-

та, 3,5 л глицерина, 0,8 л буферного раствора, необходимый объем ализаринкомплексона, найденный экспериментально(см.примечание), 100 мл раствора азотнокислого лантана, 0,5 л дистиллированной воды. Через сутки раствор готов к работе, устойчив в течение длительного времени при хранении в плотно закрытой посуде.

Поглотительный раствор. Готовят еженедельно разведением в 2 раза оставного реактива дистиллированной водой.

9. Применяемые посуда и приборы.

Аспирирующее устройство.

Поглотительные приборы Рихтера.

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

Пробирки колориметрические с пришлифованными прибками, емкостью 10 мл.

Пипетки, ГОСТ 20292-74, емкостью 1,5 и 10 мл с ценой деления соответственно 0,01; 0,05 и 0,1 мл.

Фотоэлектроколориметр.

Ш. Отбор проб воздуха

10. Воздух со скоростью 2 л/мин аспирируют через два последовательно соединенных поглотительных прибора, содержащих по 5 мл поглотительного раствора. Перед поглотителями устанавливают патрон с фильтром АФА-В для предотвращения попадания частиц пыли в поглотительный раствор. Для определения 1/2 предельно допустимой концентрации следует отобрать 10 л воздуха.

IУ. Описание определения.

11. Содержимое поглотительных приборов анализируют отдельно. Предварительно в каждый поглотительный прибор через входную трубку вливают по 5 мл поглотительного раствора и хорошо перемешивают. Через ~~час~~ после отбора пробы раствор из поглотительного прибора

30 мин

переносят в кювету с толщиной слоя 10 мм и фотометрируют при длине волны 610 нм. Раствором сравнения служит поглотительный раствор.

Содержание фтористого водорода в анализируемом объеме определяют по предварительно построенному градуировочному графику, для построения которого готовят шкалу стандартов согласно таблице 20. Измерения производят через 30 мин. после смешивания реактивов.

Таблица 20

Шкала стандартов

Номер стандартов	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Стандартный раствор № 2, мл	0	0,2	0,5	1,0	–	–	–	–	–
Стандартный раствор № 1, мл	–	–	–	–	0,2	0,4	0,5	0,6	0,8
Вода дистиллированная, мл	5,0	4,8	4,5	4,0	4,8	4,6	4,5	4,4	4,2
Составной реактив, мл	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0
Содержание HF, мкг	0	0,2	0,5	1,0	2,0	4,0	5,0	6,0	8,0

Шкала устойчива 8 часов

Концентрацию фтористого водорода в мг/м^3 воздуха (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{\mathcal{G}_1 + \mathcal{G}}{V_{20}}, \text{ где}$$

$\mathcal{G}_1$ и $\mathcal{G}$ – количества фтористого водорода в растворах первого и второго поглотительных приборов соответственно, мкг

V_{20} – объем воздуха в л, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям по формуле (см. приложение I)

ПРИМЕЧАНИЕ:[x)] Если при приготовлении 0,643% раствора ализаринкомплексона после добавления уксусной кислоты выпадает заметный осадок, в составной реактив вводят большой объем ализаринкомплексона, молярное отношение которого к лантану должно быть I:I. Этот объем находят экспериментально для каждой партии ализаринкомплексона.

Для этого готовят серию составных растворов с постоянной концентрацией глицерина (35 мл), буферного раствора (8 мл), лантана азотнокислого (I мл) и переменной концентрацией ализаринкомплексона (0,5; I,0; I,5; 2,0; 2,5 и 3,0 мл) и разбавляют до 50 мл водой (серия А).

В мерные колбы емкостью 50 мл помещают 20 мкг фтористого водорода, I5 мл приготовленных составных растворов серии А и разбавляют водой до метки (серия В). Подобным образом готовят соответствующие растворы сравнения, не содержащие фтор-иона. Измеряют оптическую плотность растворов серии В в кюветах толщиной I0 мм при 6I0 нм.

Полученные данные используют для построения кривой насыщения, нанося по оси ординат величины оптических плотностей, а по оси абсцисс - объем раствора индикатора в мл, введенный в составной реактив серии А. Находят по кривой объем индикатора, при котором наблюдается максимальное значение оптической плотности. Вычисляют отношение этого объема к взятому объему раствора лантана азотнокислого.Эта величина показывает, во сколько раз больше(чем раствора лантана азотнокислого) нужно взять объем раствора ализаринкомплексона при приготовлении составного реактива.

Приложение I

Приведение объема воздуха к стандартным условиям проводят по следующей формуле:

$$V'_{20} = \frac{V_t \, (273 + 20) \cdot P}{(273 + t^\circ) \cdot 101{,}33}, \text{ где}$$

V'_t – объем воздуха, отобранный для анализа, л

P – барометрическое давление, кПа (101,33 кПа=760 мм рт.ст)

t° – температура воздуха в месте отбора пробы, $^\circ C$

Для удобства расчета V'_{20} следует пользоваться таблицей коэффициентов(приложение 2). Для приведения воздуха к стандартным условиям надо умножить V'_t на соответствующий коэффициент.

К О Э Ф Ф И Ц 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	98,4	98,93	99,46	100	100,53	101,06	101,33	101,86	102,40
0	1,1582	1,1646	1,1709	1,1772	1,1836	1,1699	1,1963	1,2026	1,2058	1,2122	1,2185
6	1,1393	1,1456	1,1519	1,1581	1,1644	1,1705	1,1768	1,1831	1,1862	1,1925	1,1986
2	1,1212	1,1274	1,1336	1,1396	1,1458	1,1519	1,1581	1,1643	1,1673	1,1735	1,1795
8	1,1036	1,1097	1,1158	1,1218	1,1278	1,1338	1,1399	1,1460	1,1490	1,1551	1,1611
4	1,0866	1,0926	1,0986	1,1045	1,1105	1,1164	1,1224	1,1284	1,1313	1,1373	1,1432
0	1,0701	1,0760	1,0819	1,0877	1,0936	1,0994	1,1053	1,1112	1,1141	1,1200	1,1258
	1,0540	1,0599	1,0657	1,0714	1,0772	1,0829	1,0887	1,0945	1,0974	1,1032	1,1089
	1,0385	1,0442	1,0499	1,0556	1,0613	1,0669	1,0726	1,0784	1,0812	1,0869	1,0925
	1,0309	1,0366	1,0423	1,0477	1,0535	1,0591	1,0648	1,0705	1,0733	1,0789	1,0846
	1,0234	1,0291	1,0347	1,0402	1,0459	1,0514	1,0571	1,0627	1,0655	1,0712	1,0767
	1,0087	1,0143	1,0198	1,0253	1,0309	1,0363	1,0419	1,0475	1,0502	1,0557	1,0612
0	0,9944	0,9999	1,0054	1,0108	1,0162	1,0216	1,0272	1,0326	1,0353	1,0407	1,0462
1	0,9806	0,9860	0,9914	0,9967	1,0021	1,0074	1,0128	1,0183	1,0209	1,0263	1,0316
3	0,9671	0,9725	0,9778	0,9830	0,9884	0,9936	0,9989	1,0043	1,0069	1,0122	1,0175
0	0,9605	0,9658	0,9711	0,9763	0,9816	0,9868	0,9921	0,9974	1,0000	1,0053	1,0105
2	0,9539	0,9592	0,9645	0,9696	0,9749	0,9800	0,9853	0,9906	0,9932	0,9985	1,0036
1	0,9475	0,9527	0,9579	0,9631	0,9683	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	0,9917	0,9968
5	0,9412	0,9464	0,9516	0,9566	0,9618	0,9669	0,9721	0,9773	0,9799	0,9851	0,9902
5	0,9349	0,9401	0,9453	0,9503	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785	0,9836
0	0,9288	0,9339	0,9391	0,9440	0,9492	0,9542	0,9594	0,9645	0,9670	0,9723	0,9772

I	2	3	4	5	6	7	8	9	I0	II	I2
+34	0,9I67	0,92I8	0,9268	0,93I8	0,9368	0,94I8	0,9468	0,95I9	0,9544	0,9595	0,9644
+38	0,9049	0,9099	0,9I49	0,9I98	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,942I	0,947I	0,9520