

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ
В ВОЗДУХЕ

Выпуск XVI

**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.,
Набихев М.Н., Дзякова Г.А., Озечкин В.Г.

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР

А.И. ЗАЙЧЕНКО

"23" сентября 1980 г.

№ 2241-20

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОКСИД СКАНДИЯ

Оксид скандия (Sc_2O_3) - аморфный порошок белого цвета. В воде не растворима, в минеральных кислотах растворяется, со щелочами не взаимодействует. М.м - 151,32. Т.пл. 1539°C. Агрегатное состояние в воздухе - аэрозоль.

I. Общая часть

1. Метод основан на комплексонометрическом титровании раствора скандия трилоном Б в присутствии индикатора - ксиленового оранжевого до перехода окраски от малиновой к желтой.

2. Предел обнаружения 100 мкг в анализируемом объеме раствора

3. Предел обнаружения в воздухе 1 мг/м³ воздуха (расчетный)

4. Погрешность определения $\pm 10\%$

5. Диапазон измеряемых концентраций 1 - 20 мг/м³

6. Определению не мешают соединения кремния, кальция, калия, магния и натрия.

7. Ориентировочный безопасный уровень воздействия оксид скандия в воздухе - 4 мг/м³.

II. Реактивы и аппаратура.

8. Применяемые реактивы и растворы.

Скандия окись, 99,9% чистоты

Стандартный раствор, содержащий 500 мкг/мл, готовят растворением 0,05 г окиси скандия, предварительно прокаленной при 900°C в течение 30 мин в стакане емкостью 50 мл. Навеску смачивают несколькими каплями воды, приливают 5 мл концентрированной азотной кислоты, 2 мл перекиси водорода, накрывают часовым стеклом и растворяют при умеренном нагревании. После растворения навески и охлаждения раствора содержимое стакана количественно переносят в мерную колбу, емкостью 100 мл и доводят дистиллированной водой до метки. Раствор устойчив 6 месяцев.

Кислота соляная, х.ч., ГОСТ 3118-67, конц. и 0,2 М раствор

Кислота азотная, х.ч., ГОСТ 11125-73, конц.

Калий азотнокислый, ГОСТ 4217-73)

Калий хлористый, ГОСТ 4234-69, 0,2 М раствор.

Буферный раствор с pH = 2,2, для приготовления которого 250 мл 0,2 М раствора хлористого калия смешивают с 33,5 мл 0,2 М раствора соляной кислоты в мерной колбе емкостью 1000 мл и доводят водой до метки.

Перекись водорода, ГОСТ 10929-64

Трилон Б - фиксанал, ГОСТ 10652-73, 0,01 М раствор.

Ксиленовый оранжевый.

Индикатор, для приготовления которого 1 г ксиленового оранжевого и 99 г азотно-кислого калия растирают в фарфоровой ступке в тонкий порошок.

Титр раствора трилона Б устанавливают, отбирая 1-2 мл стандартного раствора окиси скандия в коническую колбу емкостью 250 мл,

разбавляя 100 мл воды, приливают 20 мл буферного раствора, добавляют 20 мг индикатора и титруют 0,01 М раствором комплексона (трилон Б) до четкого перехода окраски раствора от малиновой к желтой.

Титр раствора трилона Б (Т) рассчитывают по формуле:

$$T = \frac{m}{V}, \text{ где}$$

m — масса скандия, взятая для установления титра трилона Б, мг
V — объем 0,01 М раствора трилона Б, затраченного на титрование, мл.

9. Применяемые посуда и приборы.

Аспирационное устройство

Фильтры АФА-ВП-20 или АФА-ВП-10

Патроны

Баня водяная

Печь муфельная

Ступка фарфоровая, ГОСТ 9147-73

Пипетки, ГОСТ 20292-74, емкостью 1, 2 и 5 мл с ценой деления 0,1 и 0,01 мл.

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 50 и 250 мл

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

Колба коническая, ГОСТ 1770-74, емкостью 250 мл

Стаканы лабораторные, ГОСТ 10394-72, емкостью 50 и 100 мл

Микробюретки, ГОСТ 20292-74, емкостью 1 и 2 мл

Воронки стеклянные, ГОСТ 8613-64

Стекло часовое

Палочки стеклянные (лопаточки).

Ш. Отбор проб воздуха

10. Воздух со скоростью 10 л/мин аспирируют через укрепленный в патрон фильтр. Для определения 1/2 ориентировочно-безопасного уровня воздействия следует отобрать 200 л воздуха.

IV. Описание определения

11. Фильтр переносят в стакан емкостью 100 мл и растворяют в 10 мл царской водки (смесь концентрированных соляной и азотной кислот в соотношении 3:1). Раствор упаривают почти досуха и добавляют 50 мл воды. Из стакана раствор переводят в коническую колбу емкостью 250 мл, добавляют до 100 мл воды, приливают 20 мл буферного раствора, добавляют 20 мг индикатора и титруют 0,01 М раствором трилона Б. Раствор трилона Б приливают по каплям до четкого перехода окраски от малиновой к желтой. Концентрацию окиси скандия в мг/м³ воздуха (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{T \cdot B}{V_{20}} , \text{ где}$$

T - титр раствора комплексона (трилона Б), мг/мл

B - объем раствора трилона Б, затраченного на титрование, мл

V₂₀ - объем воздуха в м³, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям (см.приложение I).

Приложение I

Приведение объема воздуха к стандартным условиям проводят по следующей формуле:

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

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 проб, °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.

КОЭФФИЦИЕНТЫ

для приведения объема воздуха к стандартным условиям: температура +20°C 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 | 1,1899 | 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 |
| 3 | 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 |
| 3 | 0,9412 | 0,9464 | 0,9516 | 0,9566 | 0,9618 | 0,9669 | 0,9721 | 0,9773 | 0,9799 | 0,9851 | 0,9902 |
| 3 | 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 | 10 | 11 | 12 |
|-----|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| +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 |