МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ XXI

Москва — 1986

gost.e-ecolog.ru

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного
государственного
санитарного врача СССР
А.И.ЗАЙЧЕНКО
"__" _____ 198_ г.
№ 3966-85

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ НАТРИЯ СУЛЬФАТА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ МЕТОДОМ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОФОТОМЕТРИИ

Na_2SO_4 М.м. 142,04

Сульфат натрия - бесцветное кристаллическое вещество, Т пл. 884 °С, хорошо растворимое в воде.

В воздухе находится в виде аэрозоля.

I. Характеристика метода

Определение основано на измерении абсорбции атомами натрия резонансного излучения с длиной волны 589 нм. Атомизация осуществляется в пламени.

Отбор проб проводится с концентрированием на фильтр.

Предел измерения в растворе - 0,04 мкг/мл (по атомам натрия).

Предел измерения сульфата натрия в воздухе - 0,4 мг/м^3 (при отборе 15 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций в воздухе от 0,4 до 30 мг/м^3.

Граница суммарной погрешности измерения не превышает ±15%.

Предельно допустимая концентрация сульфата натрия в воздухе – 10 мг/м^3.

2. Реактивы, растворы и материалы

Натрий сернокислый, ГОСТ 4166-76, хч.

Фосфорный ангидрид (фосфора У окись), ТУ 6-09-4173-76, чда.

Ацетилен, ГОСТ 5457-75, в баллоне с редуктором.

Стандартный раствор сульфата натрия № 1 с концентрацией катионов натрия 100 мкг/мл готовят растворением навески 0,3088 г сульфата натрия в бидистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 л.

Стандартный раствор № 2 с концентрацией ионов натрия 10 мкг/мл готовят разбавлением водой стандартного раствора № 1 в 10 раз.

Фильтры АФА-ВП-20.

3. Приборы и посуда

Атомно-абсорбционный спектрофотометр.

Компрессор для получения потока воздуха.

Аспирационное устройство.

Фильтродержатели.

Эксикатор, ГОСТ 6371-73.

Чашки Петри, ГОСТ 10973-75.

Пинцет медицинский, ГОСТ 21241-77.

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

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

Пробирки колориметрические.

4. Проведение измерения

Условия отбора проб воздуха

Во избежание загрязнения ионами натрия материалов для отбора проб тщательно отмытые бидистиллированной водой фильтродержатели и фильтры АФА-ВП-20 сушат и хранят в эксикаторах над фосфорным ангидридом.

Подготовка фильтров. Фильтр с помощью пинцета помещают в чашку Петри, содержащую 25 мл бидистиллированной воды, на 1,5 часа, после чего воду сливают, а фильтр заливают 0,01 М раствором соляной кислоты на 1 час. Окончательную отмывку фильтра проводят 50 мл бидистиллированной воды. Отмытые фильтры сушат и хранят в экстикаторе над фосфорным ангидридом.

Воздух со скоростью 5 л/мин аспирируют через фильтр АФА-ВП-20, помещенный в фильтродержатель. Для определения 0,5 ПДК сульфата натрия достаточно отобрать 15 л воздуха.

Условия анализа

Фильтр помещают в чашку Петри, заливают 25 мл бидистиллированной воды и выдерживают в течение 1,5 час при периодическом перемешивании. После этого фильтр помещают в другую чашку Петри и повторяют операцию отмывки.

Промывные воды сливают в мерную колбу вместимостью 50 мл и доводят объем до метки дистиллированной водой. Раствор из колбы подают в распылительную камеру спектрофотометра и измеряют светопоглощение раствора при использовании лампы с полым катодом на *Na*, испускающей свет с длиной волны 589 нм. Параллельно аналогичным образом обрабатывают холостой фильтр и измеряют аналитический сигнал холостого раствора.

Условия спектрофтометрирования

Лампа	с полым катодом
Длина волны	589 нм
Ширина коллимационной щели	0,1 мм
Тип ФЭУ	39 а
Выходное напряжение	600 В
Усиление сигнала	1:1 или 10:1
Постоянная времени	5 или 1 с

Концентрацию сульфата натрия в анализируемом растворе в мкг/мл находят по градуировочному графику, для построения которого в мерных колбах вместимостью 50 мл готовят шкалу стандартов согласно таблице 16.

Таблица 16

Шкала стандартов

Номер стандарта	Стандартный раствор № 2, мл	Стандартный раствор № 1, мл	Вода, мл	Концентрация ионов натрия, мкг/мл
1	-	-	50	0
2	0,2	-	49,8	0,04
3	0,5	-	49,5	0,1
4	2,5	-	47,5	0,5
5	5,0	-	45,0	1,0
6	-	1,0	49,0	2,0
7	-	1,5	48,5	3,0

Светопоглощение растворов шкалы измеряют в условиях, аналогичных измерению пробы.

Концентрацию сульфата натрия в воздухе (С) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \cdot V_I \cdot 3{,}09}{V_{20}} \text{ мг/м}^3,$$

где a – концентрация ионов натрия в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, мкг/мл;

V_I – общий объем раствора пробы, мл;

3,09 – коэффициент пересчета ионов натрия на сульфат натрия;

V_{20} – объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к температуре 20 °С и давлению 760 мм рт.ст. по формуле (приложение I), л.

Приложение I

Приведение объема воздуха к температуре 20 °С и давлению 760 мм рт.ст. проводят по следующей формуле:

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

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, °С.

Для удобства расчета V_{20} следует пользоваться таблицей коэффициентов (приложение 2). Для приведения объема воздуха к температуре 20 °С и давлению 760 мм рт.ст. надо умножить V_t на соответствующий коэффициент.

Коэффициент К для приведения объема воздуха к стандартным условиям

°С	Давление Р, кПа/мм рт.ст.									
	97,33/730	97,86/734	98,4/738	98,93/742	99,46/746	100/750	100,53/754	101,06/758	101,33/760	101,86/764
-30	1,1582	1,1646	1,1709	1,1772	1,1836	1,1899	1,1963	1,2026	1,2058	1,2122
-26	1,1393	1,1456	1,1519	1,1581	1,1644	1,1705	1,1768	1,1831	1,1862	1,1925
-22	1,1212	1,1274	1,1336	1,1396	1,1458	1,1519	1,1581	1,1643	1,1673	1,1735
-18	1,1036	1,1097	1,1158	1,1218	1,1278	1,1338	1,1399	1,1400	1,1490	1,1551
-14	1,0866	1,0926	1,0986	1,1045	1,1105	1,1164	1,1224	1,1284	1,1313	1,1373
-10	1,0701	1,0760	1,0819	1,0877	1,0986	1,0994	1,1053	1,1112	1,1141	1,1200
-6	1,0540	1,0599	1,0657	1,0714	1,0772	1,0829	1,0887	1,0945	1,0974	1,1032
-2	1,0385	1,0442	1,0499	1,0556	1,0613	1,0669	1,0726	1,0784	1,0812	1,0869
0	1,0309	1,0366	1,0423	1,0477	1,0535	1,0591	1,0648	1,0705	1,0733	1,0789
+2	1,0234	1,0291	1,0347	1,0402	1,0459	1,0514	1,0571	1,0627	1,0655	1,0712
+6	1,0087	1,0143	1,0198	1,0253	1,0309	1,0363	1,0419	1,0475	1,0502	1,0557
+10	0,9944	0,9999	1,0054	1,0108	1,0162	1,0216	1,0272	1,0326	1,0353	1,0407
+14	0,9806	0,9860	0,9914	0,9967	1,0027	1,0074	1,0128	1,0183	1,0209	1,0263
+18	0,9671	0,9725	0,9778	0,9880	0,9884	0,9936	0,9989	1,0043	1,0069	1,0122
+20	0,9605	0,9658	0,9711	0,9783	0,9816	0,9868	0,9921	0,9974	1,0000	1,0053
+22	0,9539	0,9592	0,9645	0,9696	0,9749	0,9800	0,9853	0,9906	0,9932	0,9985
+24	0,9475	0,9527	0,9579	0,9631	0,9683	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	0,9917
		1464	0,9516	0,9566	0,9618	0,9669	0,9721	0,9773	0,9799	0,9851
+28	0,9349	0,9401	0,9453	0,9503	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785
+30	0,9288	0,9339	0,9391	0,9440	0,9432	0,9542	0,9594	0,9645	0,9670	0,9723
+34	0,9167	0,9218	0,9268	0,9318	0,9368	0,9418	0,9468	0,9519	0,9544	0,9595
+38	0,9049	0,9099	0,9149	0,9198	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,9421	0,9471

gost.e-ecolog.ru