МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

Выпуск XVI

Москва, 1980

gost.e-ecolog.ru

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., Озечкин В.Г.

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР
_____ А.И.ЗАЙЧЕНКО
"13" ноября 1980 г.
№ 2250-80

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДВУОКИСИ ЦЕРИЯ В ВОЗДУХЕ

Двуокись церия (CeO_2) – высокодисперсный порошок желтого цвета. Не растворяется в воде, щелочах и органических растворителях. Растворима в минеральных кислотах. М.м. 172,12. Т.пл. 2600°С. Агрегатное состояние в воздухе – аэрозоль.

I. Общая часть

I. Определение основано на образовании комплекса 4-валентного церия с лимоннокислым натрием, окрашивающим раствор в оранжевый цвет.

2. Предел обнаружения 2,5 мкг в анализируемом объеме раствора.

3. Предел обнаружения в воздухе 0,5 мг/м^3(расчетный)

4. Погрешность определения ± I0%

5. Диапазон измеряемых концентраций: от 0,5 до I0 мг/м^3

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

7. Предельно допустимая концентрация двуокиси церия в воздухе 5 мг/м^3.

II. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые реактивы и растворы.

Церий азотнокислый, ТУ 6-09-04-87-74

Стандартный раствор, содержащий 100 мкг/мл, готовят растворением 0,0303 г азотнокислого церия в 1 мл соляной кислоты (1:1), полученный раствор количественно переносят в мерную колбу емкостью 100 мл и доводят до метки дистиллированной водой. Раствор устойчив 6 месяцев.

Натрий лимоннокислый, чда, ГОСТ 3161-57, насыщенный раствор.

Аммиак водный, ГОСТ 3760-64, 20%-ный раствор

Перекись водорода, ГОСТ 10929-64, 10%-ный раствор

Кислота соляная, ГОСТ 3118-67, 0,001 Н и разбавленная водой в объемном отношении 1:1 .

9. Применяемые посуда и приборы.

Аспирационное устройство

Фильтры беззольные "синяя лента" МРТУ 6-09-2411-65

Патроны

Баня водяная

Чашка фарфоровая, ГОСТ 9147-73

Бюретка, ГОСТ 1770-74, емкостью 50 мл

Микробюретка, ГОСТ 1770-74, емкостью 2 мл

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

Колба мерная ГОСТ 1770-74- емкостью 100 мл

Пробирки химические, ГОСТ 10515-63

Пробирки колориметрические высотой 120 мм и внутренним диаметром 15 мм

Палочки стеклянные (лопаточки).

Фотоэлектроколориметр

III. Отбор проб воздуха

10. Воздух со скоростью 10 л/мин аспирируют через фильтр, укрепленный в патрон. Для определения 1/2 предельно допустимой концентрации следует отобрать 50 л воздуха. Срок хранения отобранных проб 1 год.

IV. Описание определения

11. Фильтр переносят в фарфоровую чашку, прибавляют 5 мл соляной кислоты (1:1), помещают на кипящую водяную баню и выпаривают досуха. Для полного растворения можно добавить 0,5 мл 10% раствора перекиси водорода. К сухому остатку прибавляют 0,5 мл 0,001 Н соляной кислоты и осторожно вращательным движением ополаскивают чашку. Полученный раствор переносят в пробирку. Ту же самую операцию проводят еще 2 раза. Объем жидкости в пробирке доводят дистиллированной водой до 5 мл. Затем из пробирки с пробой берут по 0,5 и 1 мл и помещают в колориметрические пробирки. В ряд колориметрических пробирок наливают от 0,025 до 0,5 мл стандартного раствора церия с интервалом 0,025 – 0,05 мл. К растворам шкалы и пробы добавляют по 1 мл насыщенного раствора лимоннокислого натрия, 1 мл 20% водного аммиака и 0,05 мл 10% перекиси водорода. Содержимое пробирок тщательно перемешивают и затем объем жидкости доводят водой до 4 мл. Шкала устойчива 2 часа. Через 10 минут окрашенный в оранжевый цвет раствор фотометрируют на спектрофотометре, в кювете с толщиной слоя 10 мм, при длине волны 400 нм, по сравнению с контролем, который готовят одновременно и аналогично пробам.

Прямое определение церия в фотометрируемой пробе проводится с помощью фотоэлектроколориметра или спектрофотометра при синем светофильтре при длине волны 400 нм, в кювете с толщиной слоя 1 см. Расчет определенной концентрации церия проводится согласно градуи-

ровочной кривой или предварительно выведенного ее уравнения

$\mathcal{D} = f(C)$, где $\mathcal{D}$ – оптическая плотность фотометрируемого раствора, С – концентрация церия в пробе, взятой для анализа.

Концентрацию двуокиси церия в мг/м³ воздуха (Х) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{g \cdot V_1}{V \cdot V_{20}}, \text{ где}$$

g – количество двуокиси церия, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;

V_1 – общий объем пробы, мл;

V – объем пробы, взятый для анализа, мл;

V_{20} – объем воздуха в 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:

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

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

gost.e-ecolog.ru