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
"23" сентября 1980 г.
№ 2241-80

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОКИСИ СКАНДИЯ

Окись 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°С. Агрегатное состояние в воздухе – аэрозоль.

I. Общая часть

I. 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 I мг/м^3 воздуха (расчетный)

4. Погрешность определения ± 10%

5. Диапазон измеряемых концентраций I – 20 мг/м^3

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

7. Ориентировочный безопасный уровень воздействия окиси скандия в воздухе – 4 мг/м^3.

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°С 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).

III. 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.

IУ. 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/м^3 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

V_{20} – объем воздуха в м^3, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям (см.прилохение 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