

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

Москва — 1986

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного
государственного
санитарного врача СССР

А. И. Заиченко
А. И. ЗАИЧЕНКО

" 5 " 1984 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,

$T_{пл.} 884^\circ\text{C}$, 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/м³ (при отборе 15 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций в воздухе от 0,4 до 30 мг/м³.

Граница суммарной погрешности измерения не превышает $\pm 15\%$.

Предельно допустимая концентрация сульфата натрия в воздухе
- 10 мг/м³.

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-ВЦ-20.

3. Приборы и посуда

Атомно-абсорбционный спектрофотометр.

Компрессор для получения потока воздуха.

Аспирационное устройство.

Фильтродержатели.

Экдикатор, 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-ВР-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 эксикаторе над фосфорным ангидридом.

Воздух со скоростью 5 л/мин аспирируют через фильтр АФА-ВР-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 спектрометрирования

| | |
|----------------------------|-----------------|
| 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:

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

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

Y_I - общий объем раствора пробы, мл;

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

Y_{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

| °C | Давление P, мм/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 | 1,0936 | 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 | 0,9830 | 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 |
| +26 | 0,9412 | 0,9464 | 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 |