

МУК 4.1.0.446-96

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Фотометрическое измерение концентраций нитрата натрия в воздухе рабочей зоны

Дата введения: с момента утверждения

РАЗРАБОТАНЫ Донецким мединститутом.

УТВЕРЖДЕНЫ Председателем Госкомсанэпиднадзора России Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Е.Н.Беляевым 8 июня 1996 г.

NaNO_3

М.м. 84,96

Нитрат натрия (натриевая соль) - кристаллическое вещество белого цвета, хорошо растворим в воде, глицерине, гигроскопичен.

В воздухе находится в виде аэрозоля.

Обладает общетоксическим действием.

ПДК в воздухе - 5 мг/м³.

Характеристика метода

Определение основано на измерении светопоглощения окрашенных растворов, образующихся в результате реакции нитрата натрия с салициловокислым натрием в присутствии серной кислоты с образованием солей нитросалициловой кислоты.

Отбор проб проводится с концентрированием на фильтр.

Нижний предел измерения нитрата натрия в анализируемом объеме пробы - 2 мкг.

Нижний предел измерения вещества в воздухе (при отборе 20 л воздуха) - 0,5 мг/м³.

Диапазон измеряемых концентраций в воздухе - от 0,5 до 20 мг/м³.

Определению мешают нитриты, хлориды, железо.

Граница суммарной погрешности измерения - $\pm 15\%$.

Время выполнения измерения, включая отбор проб, - 10 мин.

Приборы, аппаратура, посуда

Спектрофотометр

Аспирационное устройство

Фильтродержатель

Баня водяная

ТУ 95.7206-77

Колбы мерные, вместимостью 50 и 100 мл	ГОСТ 1770-74
Пипетки, вместимостью 1, 5 и 10 мл	ГОСТ 20292-74
Пробирки колориметрические градуированные, вместимостью 20 мл	ГОСТ 1770-74
Стаканы химические, вместимостью 50 мл	ГОСТ 25336-82
Чашки фарфоровые выпарительные	ГОСТ 9147-80

Реактивы, растворы, материалы

Кислота серная	ГОСТ 4204-80
Натрия гидроокись, 10 н раствор	ГОСТ 4228-77
Натрий азотнокислый	ГОСТ 4168-66
Натрий салициловокислый, 0,5%-ный водный раствор	МРТУ 6-09-4836-67
Хлороформ	ГОСТ 3160-51

Стандартный раствор нитрата натрия N 1 с концентрацией 1 мг/мл: 0,1000 г нитрата натрия, х.ч., высушенного при (105 ± 2) °С растворяют в воде в мерной колбе, вместимостью 100 мл, добавляют 0,1 мл хлороформа и доводят объем до 100 мл дистиллированной водой.

Раствор устойчив в течение недели.

Стандартный раствор нитрата натрия N 2 с концентрацией 40 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением раствора N 1 дистиллированной водой.

Раствор свежеприготовленный.

Отбор пробы воздуха

Воздух с объемным расходом 1 л/мин аспирируют через фильтры типа АФА-ВГ-20. Для определения 1/2 ПДК следует отобрать 4 л воздуха. Пробы устойчивы.

Подготовка к измерению

Градуировочные растворы готовят согласно таблице.

Таблица

Шкала градуировочных растворов

N стандарта	Стандартный р-р N 2, мл	Дистиллированная вода, мл	Содержание нитрата натрия, мкг
1	0	2,0	0
2	0,06	1,95	2
3	0,1	1,9	4
4	0,3	1,7	12
5	0,5	1,5	20
6	0,8	1,2	32
7	1,2	0,8	48
8	1,5	0,5	60
9	2,0	0	80

Во все пробирки шкалы добавляют 0,2 мл 0,5%-ного раствора салициловокислого натрия и выпаривают на водяной бане досуха. После охлаждения сухой остаток увлажняют 0,2 мл концентрированной серной кислоты, тщательно растирают стеклянной палочкой и оставляют на 10 мин. Затем добавляют 2-5 мл дистиллированной воды и количественно переносят в мерные пробирки. Прибавляют 1,5 мл 10 н раствора едкого натрия и доводят объем дистиллированной водой до 10 мл и перемешивают. Через 10 мин фотометрируют при 400 нм в кювете с толщиной слоя 1 см по сравнению с контрольным раствором.

Строят градуировочный график: на ось ординат наносят значения оптических плотностей градуировочных растворов, на ось абсцисс - соответствующие им величины содержания вещества в градуировочном растворе (мкг).

Проверка градуировочного графика проводится 1 раз в 3 мес или в случае использования новой партии реактивов.

Проведение измерения

Фильтр с пробой помещают в стакан, заливают 10 мл дистиллированной воды. Через 3-4 мин фильтр отжимают стеклянной палочкой и удаляют. 2 мл полученного раствора переносят в фарфоровую чашку. Далее пробы обрабатывают аналогично градуировочным растворам.

Оптическую плотность полученного анализируемого раствора пробы измеряют аналогично градуировочным растворам по сравнению с контролем, который готовят одновременно и аналогично пробе.

Количественное определение содержания вещества (мкг) в анализируемой пробе проводят по предварительно построенному градуировочному графику.

Расчет концентрации

Концентрацию вещества (C) в воздухе (мг/м³) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{\alpha \cdot \varepsilon}{\varepsilon \cdot V}, \text{ где}$$

α - содержание нитрата натрия в анализируемом объеме пробы, определенное по калибровочному графику, мкг;

ε - общий объем раствора пробы, мл;

ε - объем раствора пробы, взятой для анализа, мл;

V - объем воздуха, взятого для анализа и приведенного к стандартным условиям, л (см. приложение 1).

Текст документа сверен по:

официальное издание

Измерение концентраций вредных

веществ в воздухе рабочей зоны:

Сборник методических указаний.

МУК 4.1.0.406-4.1.0.465-96, Выпуск 33. -

М.: Федеральный центр Госсанэпиднадзора

Минздрава России, 2000