

Измерение концентраций железа глиперофосфата методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии в воздухе рабочей зоны

**Государственное санитарно-эпидемиологическое
нормирование Российской Федерации**

УТВЕРЖДЕНО

Председатель Госкомсанэпиднадзора России

Главный государственный санитарный врач

Российской Федерации

Е.Н. Беляев

8 июня 1996 г.

МУК 4.1.0.430-96

Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций железа глиперофосфата методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии в воздухе рабочей зоны

М. м. 621,9 ° nH₂O

Железа (окисного) глиперофосфат - кристаллическое вещество светло-желтого цвета. Не растворим в воде. Трудно растворим в спирте. Растворим в водных растворах соляной, серной и азотной кислот. При температуре выше 80 °C выделяет связанный воду. Т_{разлож.} - 185 - 190 °C.

В воздухе находится в виде аэрозоля.

Обладает общетоксическим действием.

ОБУВ в воздухе - 10 мг/м³.

Характеристика метода

Метод основан на измерении абсорбции возбужденными атомами железа резонансного излучения с длиной волны 248,3 нм. Атомизация осуществляется в пламени ацетилен-воздух.

Отбор проб проводят с концентрированием на фильтр.

Нижний предел измерения содержания ионов железа в хроматографируемом объеме пробы (1 мл) - 0,5 мкг, соответственно содержания железа глиперофосфата (в пересчете на безводный) - 5,57 мкг.

Нижний предел измерения концентраций железа глиперофосфата в воздухе - 5 мг/м при отборе 11 л воздуха.

Диапазон измеряемых концентраций железа глиперофосфата в воздухе - от 5 до 100 мг/м³.

Определению не мешает присутствие ионов других 2- и 3-валентных металлов, мешает присутствие ионов натрия и калия в концентрациях, превышающих концентрацию анализируемых элементов на 3 - 4 порядка.

Суммарная погрешность измерения не превышает ± 20 %.

Время выполнения измерения, включая отбор пробы, - около 40 мин.

Приборы, аппаратура, посуда

Атомно-абсорбционный спектрофотометр

«Сатурн», С-302, AAS-1 или другие модели

Лампа «Narva» (ГДР) или ЛСП-1 (СССР)

Электроаспиратор ЭА-1

ОСТ 95.10052-84

Фильтродержатель

Колбы мерные, вместимостью 100 мл

ГОСТ 1770-74

Пипетки, вместимостью 2, 10 мл

ГОСТ 20292-74

Пробирки с пришлифованными пробками,

вместимостью 10 мл

ГОСТ 10515-75

Реактивы, растворы, материалы

Fe ₂ O ₃ - окись железа	ТУ 4173-77
Кислота соляная, ос. ч., 0,1 Н раствор	ТУ 14261-77
Ацетилен в баллоне с редукторами	ГОСТ 5457-75
Сжатый воздух (окислитель) III класс	ГОСТ 17433-80
<i>Стандартный раствор № 1 с концентрацией ионов железа 100 мкг/мл готовят растворением 0,00143 г окиси железа в 0,1 Н растворе соляной кислоты в мерной колбе, вместимостью 100 мл.</i>	
<i>Стандартный раствор № 2 с концентрацией ионов железа 10 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № 1 0,1 Н раствором соляной кислоты.</i>	
Растворы устойчивы в течение месяца.	
Фильтры аналитические стекловолокнистые	ТУ 8-ЮП-1-77

Отбор пробы воздуха

Воздух с объемным расходом 2 л/мин аспирируют через аналитический стекловолокнистый фильтр. Для определения 1/2 ОБУВ достаточно отобрать 11 л воздуха. Пробы можно хранить в закрытых сосудах в холодильнике в течение месяца.

Подготовка к измерению

Градуировочные растворы готовят согласно таблице.

Таблица

Шкала градуировочных растворов

№ стандарта	Стандартный р-р № 2, мл	0,1 Н соляной кислоты, мл	Концентрация ионов Fe в градуировочном р-ре, мкг/мл
1	0,5	9,5	0,5
2	1,0	9,0	1,0
3	4,0	6,0	4,0
4	6,0	4,0	6,0
5	8,0	2,0	8,0
6	10,0	0	10,0

Градуировочные растворы подают в распылительную камеру прибора, где происходит переход раствора в парообразное состояние. Измеряют поглощение излучения с длиной волны 248,3 нм.

Аналогично измеряют аналитический сигнал холостого раствора.

Условия спектрофотометрирования градуировочных смесей и анализируемых проб:

скорость подачи воздуха	500 л/ч;
скорость подачи ацетилена	50 л/ч;
скорость движения диаграммной ленты	3 мм/мин;
длина волны для определения ионов Fe	248,3 нм;
ФЭУ	2 - 3;
ширина щели	0,2 мм;
усиление сигнала	4 - 6;
постоянная времени	1 с;
диапазон тока	-;
объем вводимой пробы	1 мл.

Данные в таблице приведены для атомно-абсорбционного спектрофотометра AAS-1. При работе на других марках приборов требуется соответствующая корректировка данных.

Строят градуировочный график: на ось ординат наносят значения светопоглощения растворов при заданном диапазоне тока, на ось абсцисс - соответствующее им содержание ионов Fe в анализируемом объеме пробы.

Построение градуировочных графиков необходимо проводить - не менее чем по 6 точкам. Проверку градуировочных графиков следует проводить при изменении условий анализа, но не реже 1 раза в месяц.

Проведение измерения

Фильтр с отобранный пробой помещают в пробирку и добавляют 10 мл 0,1 Н раствора соляной кислоты. Пробирку помещают в водяную баню и дают выдержку в течение 15 мин при температуре 50 - 55 °C и периодическом перемешивании.

Степень десорбции с фильтра - 97 %.

1 мл полученного раствора вводят в распылительную камеру.

Спектрофотометрирование анализируемого раствора проводят в тех же условиях, что и при построении градуировочного графика.

Количественное определение содержания ионов Fe в анализируемом объеме проводят по соответствующим предварительно построенным градуировочным графикам.

Расчет концентрации

Концентрацию (С) железа глиперофосфата (в пересчете на безводный) в воздухе (мг/м³) вычисляют по формуле:

$$C = K \cdot \frac{a \cdot e}{b \cdot V}, \text{ где}$$

а - содержание ионов Fe в спектрофотометрируемом объеме пробы, найденное по соответствующему градуировочному графику, мкг;

б - объем пробы, взятой для анализа, мл;

в - общий объем пробы, мл;

К - коэффициент пересчета (для безводного железа глиперофосфата К = 11,1);

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

Методические указания разработаны НИО «Экотокс», г. Москва.

Приложение 1

Приведение объема воздуха к стандартным условиям (температура 20 °С и давление 760 мм рт. ст.)

проводят по формуле

$$V_{20} = \frac{V + (273 + 20) \cdot P}{(273 + t) \cdot 101,33}, \text{ где}$$

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, °С.

Для удобства расчета V₂₀ следует пользоваться таблицей коэффициентов (приложение 2). Для приведения воздуха к стандартным условиям надо умножить V_t на соответствующий коэффициент.

Приложение 2

Коэффициенты для приведения объема воздуха к стандартным условиям

°C	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	1,1460	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	0,0198	1,0253	1,0309	1,0363	1,0419	1,0475	1,0502	1,0557
+10	0,9944	0,9999	0,0054	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	1,9989	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	1,9985
+24	0,9475	0,9527	0,9579	0,9631	0,9683	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	1,9917
+26	0,9412	0,9464	0,9516	0,9566	0,9618	0,9669	0,9721	0,9773	0,9799	1,9851
+28	0,9349	0,9401	0,9453	0,9503	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	1,9785
+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	0,9199	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,9421	0,9471

Приложение 3

Рис. 1

Ловушка-концентратор.

Общий вид.

Рис. 2

Ловушка-концентратор.

Приложение 4

Вещества, определяемые по ранее утвержденным методическим указаниям

Название вещества

1. Аммоний винно-кислый кислый

Методические указания

Методические указания на фотометрическое определение аммиака: Сб. МУ в. 1 - 5. - М., 1981. - 58 с.

$K = 9,82$

Методические указания на фотометрическое определение аммиака: Сб. МУ в. 1 - 5. - М., 1981 - 58 с.

$K = 5,41$

Методические указания по измерению концентраций сульфата калия, калийной магнезии и хлорида калия в воздухе рабочей зоны: Сб. МУ, в. 22. - М., 1988 - 182 с.

$K = 2,9$ и $4,82$

Методические указания по полярографическому измерению концентраций сурьмы в воздухе рабочей зоны: Сб. МУ, в. 8. - М., 1983. - 90 с.

$K = 2,66$

Методические указания по измерению концентраций натрия сульфата в воздухе рабочей зоны методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии: Сб. МУ, в. 21. - М., 1986 - 135с.

$K = 7,48$

Методические указания по измерению концентраций натрия сульфата в воздухе рабочей зоны методом атомно-абсорбционной

Натрий винно-кислый

спектрофотометрии: Сб. МУ, в. 21. - М., 1986 - 135 с.

Калий-натрий винно-кислый

K = 4,22

Методические указания по измерению концентраций натрия сульфата в воздухе рабочей зоны методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии: Сб. МУ, в. 21. - М., 1986. - 135 с.

K = 3,39

Методические указания по гравиметрическому определению пыли в воздухе рабочей зоны и в системах вентиляционных установок: Сб. МУ, в. 1 - 5. - М., 1981. - 235 с.

Методические указания на фотометрическое определение фторорганических соединений: Сб. МУ, в. 1 - 5. - М. 1981. - 187 с.

5. Полиметилмочевина

6. Трифторметансульфофторид (фторангидрид трифторметан сульфокислоты)

7. Хлоргидрат изонипекотиновой кислоты

K = 2

Методические указания на фотометрическое определение диэтиламина в воздухе: Сб. МУ, в. 1 - 5. - М., 1981. - 123 с. Отбор проб на фильтр со скоростью 2 л/мин.