

● **MU 1638-77****Методические указания на фотометрическое определение двуокиси азота в воздухе****Обозначение:** **MU 1638-77****Обозначение**
англ: **MU 1638-77****Статус:** справочные материалы, мп, тпр**Название рус.:** Методические указания на фотометрическое определение двуокиси азота в воздухе**Дата**
добавления в 01.09.2013
базу:**Дата**
актуализации: 01.01.2021**Область**
применения: Методические указания распространяются на определение содержания вредных веществ в воздухе промышленных помещений при санитарном контроле.**Оглавление:**
I Общая часть
II Реактивы и аппаратура
III Отбор пробы воздуха
IV Описание определения
Приложение 1. Рисунки
Приложение 2. Расчет концентрации вредного вещества в воздухе
Приложение 3. Коэффициенты К для приведения объема воздуха к стандартным условиям**Разработан:** Лаборатория санитарно-химических методов исследования Института гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР**Утверждён:** 18.04.1977 Заместитель Главного государственного санитарного врача СССР**Издан:** ЦРИА Морфлот (1981 г.)**Расположен в:** Техническая документация Экология ОХРАНА ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ, ЗАЩИТА ЧЕЛОВЕКА ОТ ВОЗДЕЙСТВИЯ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ.

5-102

УТВЕРЖДАЮ.
Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР А. И. ЗАЙЧЕНКО
18 апреля 1977 г.
№ 1688—77

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
НА ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДВУОКИСИ АЗОТА
В ВОЗДУХЕ**

I. Общая часть

1. Определение основано на образовании азоксиантрацена при взаимодействии двуокиси азота с реактивом Грисса-Илосвая.
2. Предел обнаружения 0,3 мкг в анализируемом объеме раствора.
3. Предел обнаружения в воздухе 8 мкг/м³ (расчетная).
4. Определению мешают нитросоединения, легко отделяющиеся нитрит-ион.
5. Предельно допустимая концентрация двуокиси азота в воздухе 5 мкг/м³.

II. Реактивы и аппаратура

6. Применяемые реактивы и растворы.
Натрий азотистокислый, х.ч., ГОСТ 4197—66, перекристаллизованный.
Стандартный раствор № 1, соответствующий 100 мкг/мл двуокиси азота, готовят растворением навески 0,0150 г азотистокислого натрия в 100 мл дистиллированной воды. Дистиллированная вода и все реактивы не должны давать положительной реакции на нитрит-ион. Раствор устойчив в течение 6 мес.
Стандартный раствор № 2, содержащий 1 мкг/мл двуокиси азота, готовят разбавлением раствора № 1 в 100 раз 8%-ным раствором нитрита калия.
Раствор следует готовить перед употреблением.
Уксусная кислота, ГОСТ 61—75, 10%-ный раствор.
Сульфаниловая кислота, ч.д.а., ГОСТ 5821—69.
α-Нафтиламин, ч.д.а., ГОСТ 8827—68.
Реактив Грисса-Илосвая:
а) 0,5 г сульфаниловой кислоты растворяют в 150 мл 10%-ной уксусной кислоты;
б) 0,1 г α-нафтиламина растворяют в колбе в 20 мл дистиллированной воды и нагревают на кипящей водяной бане до образования на дне лиловой капли. Раствор декантируют и добавляют 10%-ной уксусной кислоты до 150 мл (каплю не употреблять). Растворы сохраняют в склянках с притертыми пробками. Перед употреблением оба раствора смешивают в отношении 1:1.
Калий иодистый, х.ч., ГОСТ 4232—66, 8%-ный раствор.
Натрий сернистокислый, ч., ГОСТ 195—66, 0,01 н. раствор.
7. Применяемые посуда и приборы.
Аспирационное устройство.
Поглощительные приборы Зайцева (см. рис. 9).
Пробирки колориметрические, плоскодонные, из бесцветного стекла, высотой 120 мм и внутренним диаметром 15 мм.
Пипетки, ГОСТ 20292—74, вместимостью 1,5 и 10 мл с делениями на 0,01 и 0,1 мл.
Колбы мерные, ГОСТ 1770—74, вместимостью 100 мл.

III. Отбор пробы воздуха

8. Воздух со скоростью 0,2 л/мин аспирируют через два последовательно соединенных поглотительных прибора с 10 мл 8%-ного раствора йодистого калия в каждом. Для определения $1/2$ ПДК достаточно отобрать 1 л воздуха.

IV. Описание определения

9. 1 и 5 мл пробы из каждого поглотительного прибора вносят в колориметрические пробирки. Объем жидкости с 1 мл пробы доводят до 5 мл 8%-ным раствором йодистого калия. Затем приливают по 1 мл реактива Грисса-Нло-свая и взбалтывают. Через 20 мин добавляют по 0,5 мл 0,01 н. раствора сернистоукислого натрия, взбалтывают и фотометрируют в кюветах с толщиной слоя 1 см при длине волны 620 нм по сравнению с контролем, который готовят одновременно и аналогично пробам.

Содержание двуокиси азота в анализируемом объеме определяют по предварительно построенному калибровочному графику. Для построения калибровочного графика готовят шкалу стандартов согласно табл. 28.

Таблица 28

Шкала стандартов

№ стандарта	Стандартный раствор № 2, мл	Йодный калий, 8%-ный раствор, мл	Содержание двуокиси азота, мкг
1	0	5,0	0
2	0,3	4,7	0,3
3	0,5	4,5	0,5
4	1,0	4,0	1,0
5	2,0	3,0	2,0
6	3,0	2,0	3,0
7	4,0	1,0	4,0
8	5,0	—	5,0

Все пробирки шкалы обрабатывают аналогично пробам, измеряют оптическую плотность и строят график. Шкалой стандартов можно пользоваться и для визуального определения. В этом случае ее готовят в колориметрических пробирках одновременно с пробам.

Концентрацию двуокиси азота в мг/м^3 воздуха X вычисляют по формуле:

$$X = \frac{GV_1}{VV_2},$$

где G — количество двуокиси азота, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;

V_1 — общий объем пробы, мл;

V — объем пробы, взятый для анализа, мл;

V_2 — объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям (см. приложение), л.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

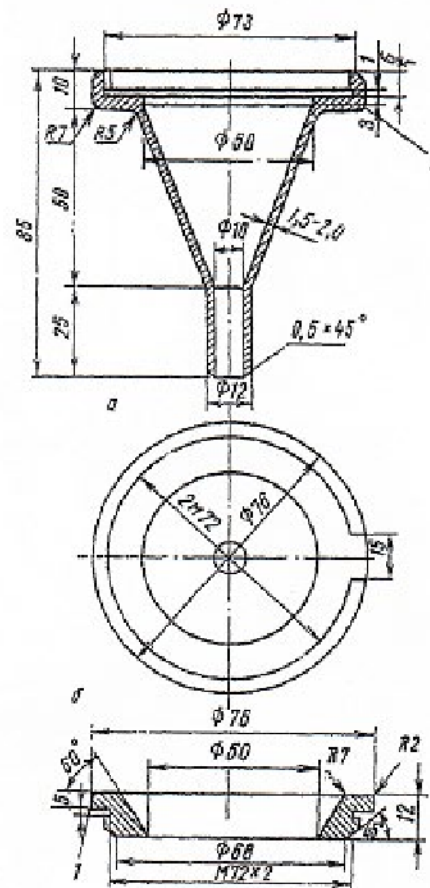


Рис. 1. Аппонж открытый (патрон для фильтра):
а — корпус; б — гайка; в — накатка