

# Методы определения соединений азота в атмосферном воздухе



# ГОСТ 17.2.4.03-81 Индофенольный метод определения аммиака

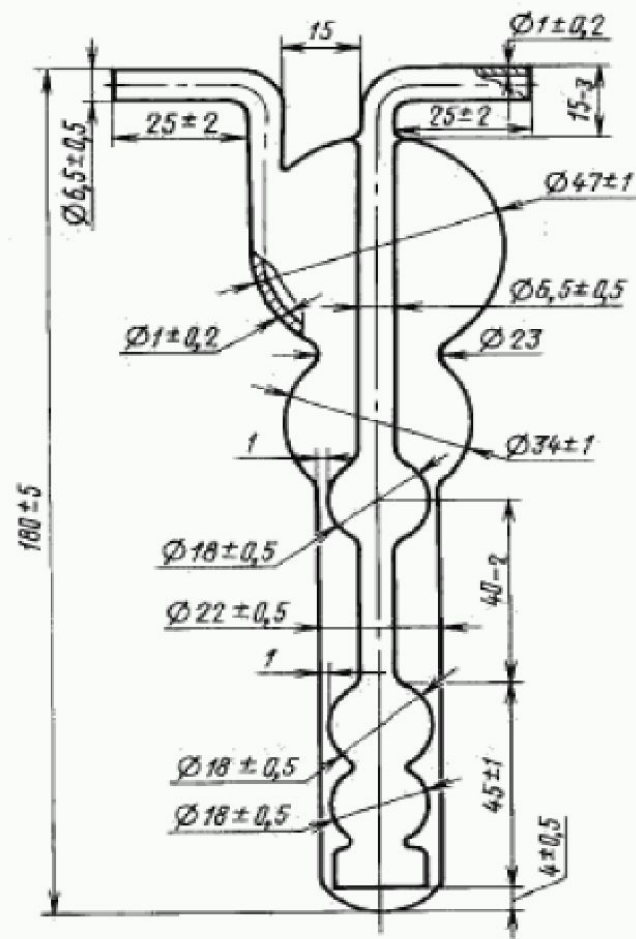
- Настоящий стандарт устанавливает индофенольный метод определения разовых и среднесуточных концентраций аммиака в атмосферном воздухе в диапазоне от 0,1 до 1,0 мг/м<sup>3</sup>.
- Метод основан на способности аммиака образовывать с гипохлоритом и фенолом в присутствии нитропруссид натрия индофенол, окрашивающий раствор в синий цвет, по интенсивности окраски которого определяют количество аммиака.

# Отбор проб

- для определения разовых концентраций аммиака исследуемый воздух пропускают в течение 20-30 мин через поглотительный прибор, заполненный поглотительным раствором;
- для определения среднесуточной концентрации аммиака отбор пробы проводят не менее шести раз в течение суток через равные промежутки времени или непрерывно в течение 24 ч через поглотительный прибор.

# Аппаратура, материалы и реактивы

Поглотительный прибор Рыхтера (средняя модель)



# Подготовка к анализу

- Приготовление поглотительного раствора.
- Приготовление фенольного реактива.
- Приготовление 0,5 %-ного раствора крахмала.
- Приготовление гипохлоридного реактива.
- Приготовление основного стандартного раствора.
- Приготовление рабочего стандартного раствора.

Исходный стандартный раствор разбавляют поглотительным раствором в 100 раз. Раствор готовят перед использованием.

# Проведение анализа

- Уровень раствора в поглотительном приборе доводят до 10 см<sup>3</sup> бидистиллированной водой.
- Часть пробы переводят в пробирку с притертой пробкой, доводят объем до 5 см<sup>3</sup> поглотительным раствором и добавляют 1 см<sup>3</sup> фенольного реактива. Тщательно перемешивают содержимое пробирок. Добавляют по 0,5 см<sup>3</sup> гипохлоритного реактива с тем же интервалом времени и перемешивают.
- Через 2 ч измеряют оптическую плотность растворов в кюветах с толщиной слоя 10 мм при длине волны 625 нм относительно воды.

# Проведение анализа (продолжение)

- Одновременно готовят холостую пробу из того же поглотительного раствора, который залит в поглотительные приборы. Проводят определение оптической плотности холостой пробы. Величина оптической плотности холостой пробы не должна превышать 0,4.
- Количество аммиака в пробах определяют с помощью градуировочного графика по разности величин оптических плотностей анализируемой и холостой проб.
- Построение градуировочного графика
- Для построения градуировочного графика необходимо приготовить шесть стандартных растворов в мерных колбах емкостью 50 см<sup>3</sup>.
- Градуировочный график зависимости величины оптической плотности от количества аммиака строят по средним значениям.

# Обработка результатов

- Концентрация аммиака ( $C$ ) в исследуемом воздухе,  $\text{мкг}/\text{м}^3$ , вычисляют по формуле

$$C = \frac{m \cdot V}{V_a \cdot V_o}$$

- где  $m$  - масса аммиака в исследуемом растворе,  $\text{мкг}$ ;
- $V$  - общий объем исследуемого раствора,  $\text{см}^3$ ;
- $V_o$  - объем пробы воздуха, приведенный к нормальным условиям,  $\text{м}^3$ ;
- $V_a$  - объем исследуемого раствора, взятого для анализа,  $\text{см}^3$ .



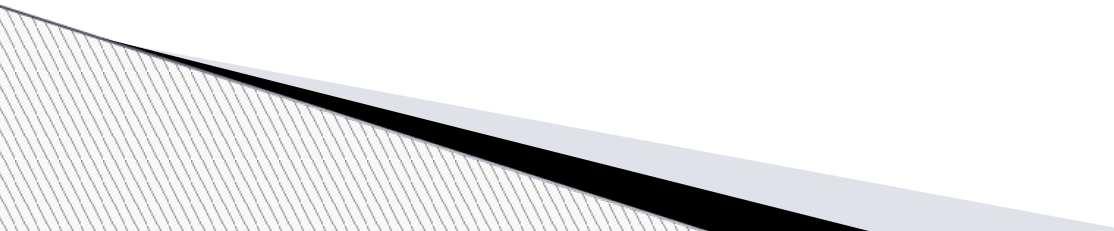
# ГОСТ Р 52717–2007. Определение массовой концентрации диоксида азота. Метод с использованием индикаторных трубок с непосредственным отсчетом показаний и ускоренным отбором проб

- Реакция диоксида азота, находящегося в пробе воздуха, просасываемого за определенное время через индикаторную трубку, содержащую твердый сорбент с нанесенными на него реагентами, приводит к образованию окрашенного продукта реакции и появлению в трубке окрашенного слоя с четко определяемой границей.

# Отбор проб

- Испытывают пробоотборное устройство на герметичность, устанавливая невскрытую индикаторную трубку во входное отверстие пробоотборного устройства, и затем его включают.
- Отламывают оба конца индикаторной трубки и устанавливают вскрытую трубку на входное отверстие пробоотборного устройства, при необходимости соблюдая заданную ориентацию.
- Включают пробоотборное устройство в предварительно установленной точке измерения и отбирают воздух, объем которого задается числом рабочих ходов пробоотборного устройства, определенным поданным поверки индикаторной трубки.

# Порядок проведения измерений

- 1. Испытание пробоотборного устройства.
  - 2. Определение диоксида азота.
  - 3. Оценка показаний индикаторной трубки.
  - 4. Оценка поправочных коэффициентов.
  - 5. Утилизация индикаторных трубок.
- 

# Протокол измерений

- данные по идентификации пробы воздуха;
- ссылку на настоящий стандарт;
- описание места отбора пробы воздуха и его принадлежность к зоне дыхания либо к воздуху рабочей зоны;
- идентификацию производителя используемых индикаторной трубки и пробоотборного устройства; номер партии трубок и срок годности индикаторной трубки;
- время начала и окончания отбора проб;
- число рабочих ходов пробоотборного устройства либо объем пробы воздуха;
- температуру, давление и относительную влажность пробы воздуха;
- мешающие вещества, чье присутствие в пробе воздуха известно или предполагается;
- массовую концентрацию диоксида азота в миллиграммах на кубический метр, измеренную с помощью индикаторной трубки;
- фамилию лица, выполнявшего измерение.



# РД 52.04.186-89. Диоксид азота: отбор проб на пленочный сорбент.

- Методика предназначена для определения концентрации диоксида азота в атмосферном воздухе населенных пунктов в диапазоне 0,02 - 1,40 мг/м<sup>3</sup> при объеме пробы воздуха 5 дм<sup>3</sup>.
- Метод основан на улавливании диоксида азота из воздуха пленочным хемосорбентом и фотометрическом определении образующегося нитрит-иона по азокрасителю, получающемуся в результате взаимодействия нитрит-иона с сульфаниловой кислотой и 1-нафтиламином.

# Диоксид азота: отбор проб в барботеры.

- Методика предназначена для определения концентрации диоксида азота в атмосферном воздухе населенных пунктов, в диапазоне 0,02 - 1,40 мг/м<sup>3</sup> при объеме пробы воздуха 5 дм<sup>3</sup>.  
Используется для измерения разовых концентраций.
- Метод основан на улавливании диоксида азота из воздуха раствором иодида калия. Образующийся нитрит-ион определяется фотометрически по азокрасителю, получающемуся в результате взаимодействия нитрит-иона с сульфаниловой кислотой и 1-нафтиламином.

# Оксид азота: отбор проб на пленочный сорбент

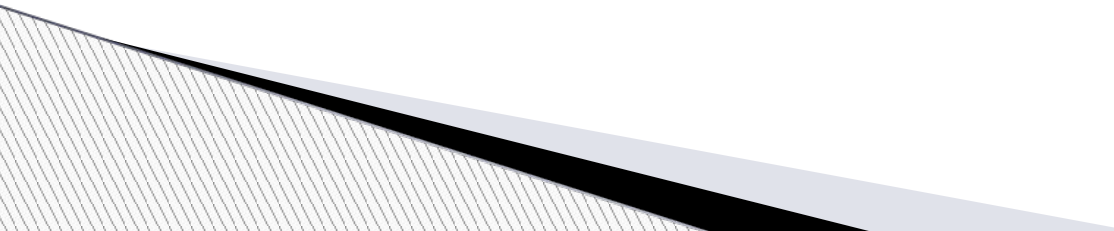
- Методика предназначена для определения концентрации оксида азота в атмосферном воздухе населенных пунктов в диапазоне концентраций от 0,016 до 0,94 мг/куб. м при отборе пробы воздуха объемом 5 куб. дм. Используется для измерения разовых и среднесуточных концентраций.
- Метод основан на окислении оксида азота с последующим улавливанием образующегося диоксида азота пленочным хемосорбентом и фотометрическом определении по азокрасителю, получающемуся в результате взаимодействия нитрит-иона с сульфаниловой кислотой и 1-нафтиламином.



# Оксид азота: отбор проб в барботеры

- Методика предназначена для определения концентрации оксида азота в атмосферном воздухе населенных пунктов в диапазоне 0,016 - 0,94 мг/м<sup>3</sup> при отборе пробы воздуха объемом 5 дм<sup>3</sup>. Используется для измерения разовых и среднесуточных концентраций.
- Оксид азота после окисления оксидом хрома (VI) до диоксида поглощается из воздуха раствором иодида калия. Образующийся нитрит-ион определяется фотометрически по реакции с сульфаниловой кислотой и 1-нафтиламином, приводящей к образованию красителя красного цвет.

# Выполнение измерений

- Приготовление растворов.
  - Установление градуировочной характеристики.
  - Подготовка сорбционных трубок.
  - Отбор проб.
  - Выполнение самого измерения.
  - Расчет.
- 

**Спасибо за внимание!**

