Методы определения соединений азота в атмосферном воздухе

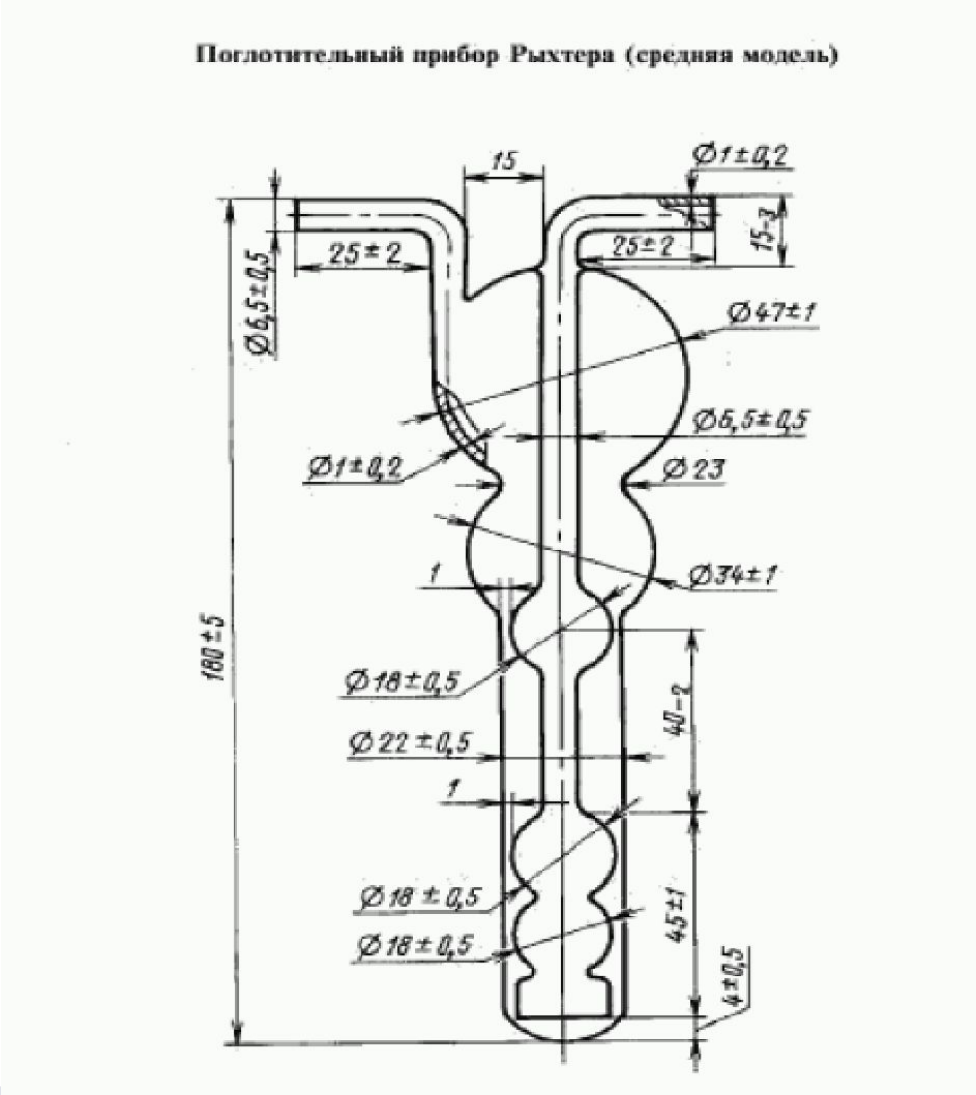
ГОСТ 17.2.4.03-81 Индофенольный метод определения аммиака

- Настоящий стандарт устанавливает индофенольный метод определения разовых и среднесуточных концентраций аммиака в атмосферном воздухе в диапазоне от 0,1 до 1,0 мг/м^3.
- Метод основан на способности аммиака образовывать с гипохлоритом и фенолом в присутствии нитропруссида 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



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 $см^3$бидистиллированной водой.
- Часть пробы переводят в пробирку с притертой пробкой, доводят объем до 5 $см^3$ поглотительным раствором и добавляют 1 $см^3$ фенольного реактива. Тщательно перемешивают содержимое пробирок. Добавляют по 0,5 $см^3$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 $см^3$.
- Градуировочный график зависимости величины оптической плотности от количества аммиака строят по средним значениям.

Обработка результатов

- Концентрация аммиака (С) в исследуемом воздухе, мкг/м^3, вычисляют по формуле

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

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

Индикаторные трубки

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^3 при объеме пробы воздуха 5 дм^3.
- 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^3 при объеме пробы воздуха 5 дм^3. 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^3 при отборе пробы воздуха объемом 5 дм^3. 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!