

Документ подписан простой электронной подписью
Информация о владельце:
ФИО: Локтионова Оксана Геннадьевна
Должность: проректор по учебной работе
Дата подписания: 17.07.2023 10:24:59
Уникальный программный ключ:
0b817ca911e6668abb13a5b4260b9e3ffc11eabb75e945d14a4851fda56d089

МИНОБРНАУКИ РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего образования
«Юго-Западный государственный университет»
(ЮЗГУ)

Кафедра охраны труда и окружающей среды

УТВЕРЖДАЮ

Проректор по учебной работе

О.Г. Локтионова

2017 г.



ИССЛЕДОВАНИЕ ЗАПЫЛЁННОСТИ ВОЗДУХА

Методические указания к проведению практических и лабораторных занятий по дисциплинам «Экология», «Промышленная экология», «Экология Курского края», «Системы защиты воздушной среды» для студентов всех специальностей и направлений

Курск 2017

УДК 504

Составители: В.В. Юшин, Е.А. Преликова, О.В. Дудник

Рецензент

Кандидат технических наук, доцент *Г.П. Тимофеев*

Исследование запылённости воздуха: методические указания к проведению практических и лабораторных занятий по дисциплинам «Экология», «Промышленная экология», «Экология Курского края», «Системы защиты воздушной среды» для студентов всех специальностей и направлений / Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: В.В. Юшин, Е.А. Преликова, О.В. Дудник. Курск, 2017. 11 с. Библиогр.: с. 11.

Излагается методика количественного определения пыли в воздухе рабочей зоны весовым методом.

Предназначены для студентов всех специальностей и направлений.

Текст печатается в авторской редакции

Подписано в печать 27.

МИНОБРНАУКИ РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего образования
«Юго-Западный государственный университет»
(ЮЗГУ)

Кафедра охраны труда и окружающей среды

УТВЕРЖДАЮ

Проректор по учебной работе

О.Г. Локтионова

2017 г.



ИССЛЕДОВАНИЕ ЗАПЫЛЁННОСТИ ВОЗДУХА

Методические указания к проведению практических и лабораторных занятий по дисциплинам «Экология», «Промышленная экология», «Экология Курского края», «Системы защиты воздушной среды» для студентов всех специальностей и направлений

Курск 2017

01.2017 г. Формат 60x84 1/16.
Усл. печ. л. 0,64 Уч.-изд.л. 0,58 Тираж 30 экз. Заказ 969. Бесплатно.
Юго-Западный государственный университет.
305040, г. Курск, ул. 50 лет Октября, 94.

Цель работы:

1. Ознакомиться с весовым методом определения запыленности воздуха.
2. Изучить и практически освоить лабораторную установку.
3. Оценить количественное содержание пыли в воздухе весовым методом. Дать санитарную оценку запыленности.
4. Провести оценку эффективности защиты средств органов дыхания человека.

ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Многие технологические процессы в промышленности сопровождаются выделением пыли. Это процессы механической обработки хрупких материалов, дробления, просеивания, транспортировка сыпучих материалов, переработка волокнистых материалов, крашение волокон и тканей, приготовление рабочих красительных растворов, при сварке; выбросы ТЭС и др.

Пыль - это мельчайшие частицы вещества, способные длительное время находиться в воздухе или в производственных газах во взвешенном состоянии. Предельно-допустимые концентрации (ПДК) пыли в воздухе рабочей зоны установлены гигиеническими нормативами ГН 2.2.5.686-98 (таблица 1).

Для определения пыли в воздухе и её состава используют различные *методы*, которые можно разделить на *две группы*:

1. ***прямые***, основанные на предварительном осаждении пылевых частиц (весовой, седиментационный, радиоизотопный, пьезоэлектрический);
2. ***косвенные***, без предварительного осаждения (оптические, механические, электрические).

Они обеспечивают определение массовой концентрации пыли на основе измерения либо перепада давления на фильтрующем материале при прокачивании через него запылённого воздуха, либо частоты (амплитуды) вибрации, возникающей в результате трения частиц пыли о стенки корпуса первичного преобразователя, либо интенсивности проникающей радиации через фильтр с пылью.

Одним из простых и широко распространенных методов является *весовой*. Сущность метода заключается во взвешивании специального фильтра до и после просасывания через него некоторого объема запыленного воздуха, с последующим определением массы осевшей пыли. Недостатком весового метода является то, что он не дает представления о качественной характеристике пыли, без которой невозможна полная гигиеническая оценка запыленности. Одно и то же весовое количество пыли может быть при наличии в воздухе небольшого числа крупных частиц и множества мелких, а с точки зрения поведения пыли в воздухе и воздействия ее на организм человека эти случаи совершенно разные.

При определении концентрации пыли весовым методом чаще всего используются фильтры АФА, изготовленные из гидрофобного высокоэффективного нетканого фильтрующего материала ФПП (фильтр перхлорвиниловый Петрянова), которые имеют следующие достоинства:

- 1) хорошие фильтрующие свойства;
- 2) высокий коэффициент улавливания за счет электростатических свойств;
- 3) небольшой собственный вес;
- 4) малое аэродинамическое сопротивление фильтров.

Таблица 1 – Предельно-допустимые концентрации пыли в воздухе рабочей зоны

Наименование вещества	Величина ПДК (мг/м ³)	Класс опасности	Особенности действия на организм
Пыль доменного шлака	6	4	Ф*
Пыль растительного и животного происхождения:			
а) с примесью диоксида кремния от 2 до 10%	4	4	А, Ф.
б) зерновая	4	3	А, Ф.
в) лубяная, хлопковая, льняная, шерстяная и др. (с примесью диоксида кремния более 10%)	2	4	А, Ф.
г) мучная, древесная и др. (с примесью диоксида кремния менее 2%)	6	4	А, Ф.

Перечень материалов, приборов и оборудования, необходимых для исследования запыленности воздуха весовым методом с помощью фильтров, приводится в таблице 2.

Таблица 2 - Перечень материалов, приборов и оборудования, необходимых для исследования запыленности воздуха весовым методом

Наименование	Тип прибора	Назначение
1. Весы аналитические	АДВ- 200 (точность измерения $\pm 0,1$ мг)	Взвешивание фильтров
2. Аллонж (фильтро-держатель)	ИРА- 10, ИРА- 20	Отбор пробы аэрозоля на фильтр
3. Электрический аспиратор	ПУ-4Э	Протягивание воздуха с определенной скоростью воздуха
4. Часы или секундомер	С секундомерной стрелкой	Определение продолжительности отбора пробы
5. Комплект фильтров	АФА- ВП-10 АФА- ВП- 20	Улавливание аэродисперсных примесей
6. Резиновый шланг	Диаметр до 10мм	Соединение аппаратуры при отборе проб
7. Барометр	БАММ	Измерение давления воздуха
8. Термометр	Со шкалой до 100°С	Измерение температуры воздуха

Буква "В" в обозначении фильтров означает, что фильтр пригоден для весового метода, цифры 10 и 20 обозначают площадь круга фильтра (см^2).

При измерении концентрации пыли в атмосферном воздухе и воздухе производственных помещений с гигиенической точки зрения оптимальной является скорость отбора, равная скорости человеческого дыхания, т. е. скорость легочной вентиляции (10- 15 л/ мин). Время отбора определяется исходя из необходимого объема воздуха, который, в свою очередь, принимают в зависимости от предполагаемой концентрации пыли (табл. 3).

Таблица 3 – Зависимость концентрации пыли от объема воздуха

Предполагаемая концентрация пыли, $\text{мг}/\text{м}^3$	2	2-10	10-50	>50
Объем отбираемого воздуха, л	1000	500	250	100

Определение концентрации пыли весовым методом состоит из 4-х этапов:

- 1) подготовка аппаратуры и фильтров;
- 2) отбор пробы воздуха;
- 3) определение изменения массы фильтров;
- 4) расчет концентрации пыли.

ОПИСАНИЕ ЛАБОРАТОРНОЙ УСТАНОВКИ

Лабораторная установка, предназначенная для определения запыленности, представлена на рис.1. Установка состоит из камеры 1, имитирующей производственное помещение и аспиратора 10. В камере на решётке 4 находится порция пыли 5, которая с помощью вентилятора 2 и воздуховода 3 поднимается в воздух. К боковой части камеры прикреплен аллонж 8 для установки фильтров. Аллонж соединяется с аспиратором 10 с помощью резиновой трубки 9. К аллонжу с внутренней стороны камеры крепят респираторы 6 для оценки эффективности защиты органов дыхания.

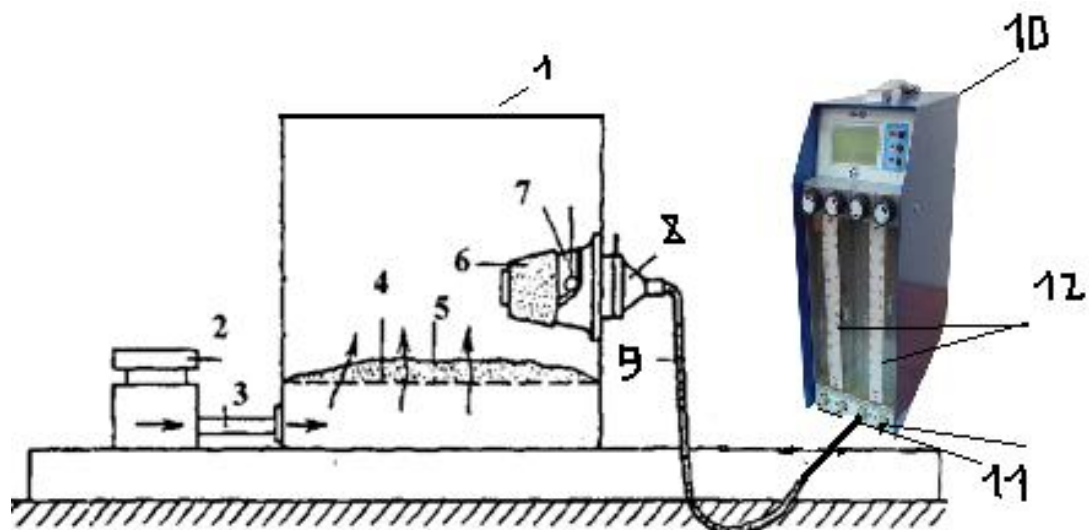


Рисунок 1 - Схема лабораторной установки для исследования запыленности воздуха

1 - корпус пылевой камеры; 2 - вентилятор; 3 - воздуховод; 4 - решетка; 5 - порция пыли; 6 - респиратор; 7 - конусная оправа; 8, - аллонж для установки аэрозольных фильтров; 9 - резиновая трубка; 10 - аспиратор ПУ-4Э; 11 - краны; 12 - ротаметры.

Воздушная камера представляет собой прямоугольную емкость размером 250 x300x450 мм или 0,34 м³. Для автоматического отбора проб воздуха, паров и аэрозолей (в рабочей зоне, атмосфере и промышленных выбросах) для проведения санитарного и экологического контроля используется аспиратор типа ПУ-4Э.

Он состоит из воздушного насоса с электродвигателем и четырёх ротаметров (рис.2), представляющих собой стеклянные трубки с поплавками. Проходя через ротаметр, воздух поднимает поплавок тем выше, чем больше скорость и расход воздуха. Резиновую трубку от аллонжа с фильтром, кото-

рый находится в держателе, присоединяют к штуцерам. На панели аспиратора находятся краны для регулировки скорости отбора проб. Отчёт показаний ведут по верхнему краю поплавка.

Аспиратор ПУ-4Э обеспечивает отбор проб с заданным объемным расходом через поглотитель по 4-м параллельным каналам. (1,2 канал от 0,2 до 2 л/мин, 3,4 каналы от 2 до 20 л/мин). Отобранные пробы анализируются в лабораторных условиях с применением стандартных методик.

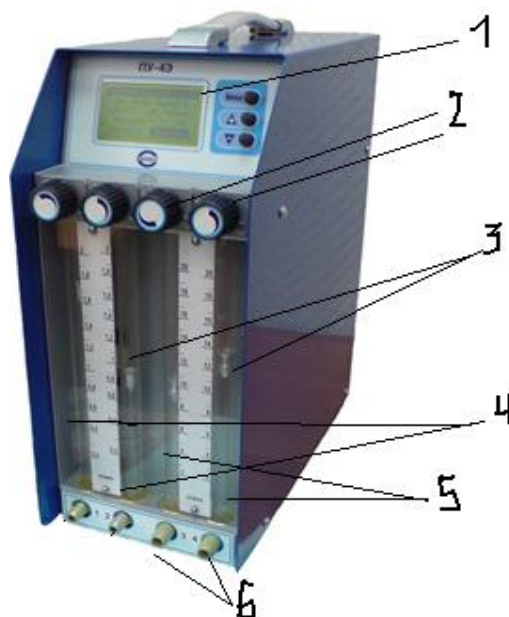


Рисунок 2 – Аспиратор ПУ-4Э

1 - панель; 2 - запорные вентили ротаметров; 3 - поплавок ротаметра; 4 - ротаметры для отбора проб воздуха на загазованность; 5 - ротаметры для отбора проб воздуха на запыленность; 6 - выходные штуцеры ротаметров.

Технические характеристики

- диапазоны расхода: от 0,2 до 2,0 л/мин (по 1 и 2 каналам); от 2,0 до 20,0 л/мин (по 3 и 4 каналам);
- погрешность задания расхода: +/- 5 %;
- сопротивление поглотителя от 0 до 5 кПа;

- время отбора пробы от 1 до 99 мин (имеется таймер среднесуточного отбора, индикаторные показания температуры воздуха, атм. давления, влажности);
- питание от сети переменного тока напряжением 220 В частотой 50 Гц или от внешнего аккумулятора напряжением 12 В.

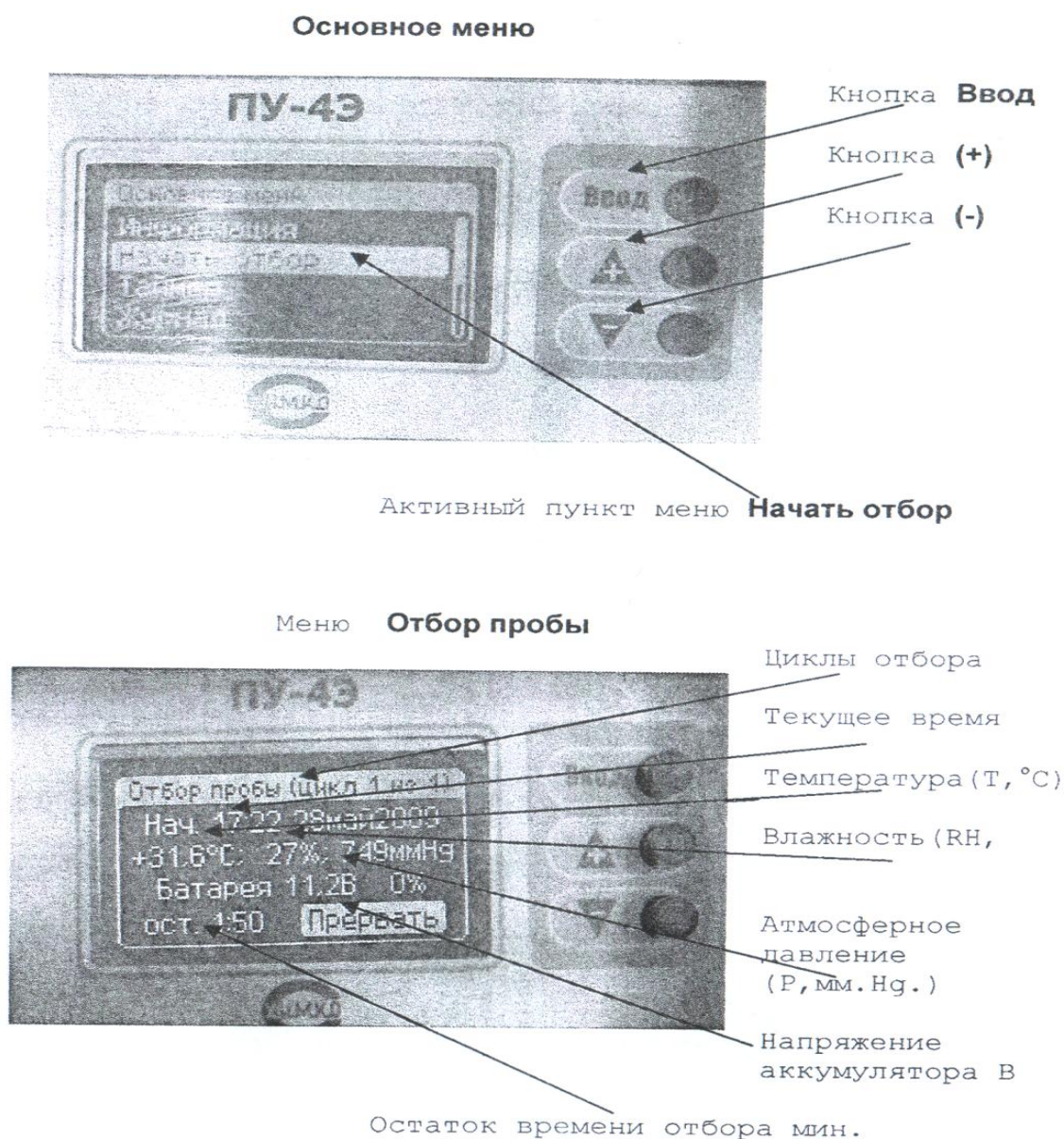


Рисунок 3 – Вид ЖК-индикатора ПУ-4Э

Условия эксплуатации

- ✓ температура окружающей среды от 263 до 313 К (от минус 10 до 40°C);

- ✓ относительная влажность до 98 % при температуре 25 °С;
- ✓ атмосферное давление от 84 до 106,7 кПа (от 630 до 800 мм рт. ст.).

Достоинства аспиратора

1. металлический корпус, защищенные ротаметры, большой ЖК-индикатор таймера;
2. метрологическое обеспечение - устройство включено в Государственный реестр РФ;
3. удобство в эксплуатации;
4. взаимная независимость расходов по каналам;
5. разборные ротаметры, упрощающие обслуживание

ЗАДАНИЕ

Создать в камере определенную запыленность и весовым методом определить содержание пыли в помещении заданного объема. Сравнить полученные результаты с ПДК в соответствии с гигиеническими нормативами ГН 2.2.5.686-98 (табл. 1).

Порядок выполнения работы

1. Собрать лабораторную установку: штуцер аспиратора подсоединяют с помощью резиновой трубки с аллонжем экспериментальной камеры. Включить в розетку аспиратор и вентилятор.
2. Взвесить на аналитических весах чистый фильтр. Для этого его помещают в держатель. Фильтр брать и перемещать только пинцетом, не касаясь его руками. Вставить фильтр с держателем в аллонж.
3. Включить вентилятор пылевой камеры и добиться равномерного распределения пыли по камере.
4. Включить аспиратор и одновременно секундомер. Вентилем отрегулировать скорость просасывания воздуха (10- 15 л/мин. по указанию преподавателя).

5. Проводить забор пробы воздуха в течение 10-15 минут (по указанию преподавателя). Снять аллонж, вынуть из него фильтр с держателем, не встряхивая и не переворачивая, вторично взвесить на весах.

6. Рассчитать концентрацию пыли в камере в реальных условиях, (мг/м³):

$$C_0 = \frac{(m_2 - m_1) \times 1000}{V \times T} \quad (1)$$

где m_1 и m_2 - масса фильтра с фоновым значением пыли и экспериментальным значением, мг; v - скорость просасывания воздуха, л/мин; T - время просасывания воздуха через фильтр, мин.

7. Результат измерения привести к нормальным условиям:

$$C = C_0 \times \frac{273+t}{293} \times \frac{101,3}{p} \quad (2)$$

где t - температура воздуха в камере, С; p — атмосферное давление в камере, кПа, (при нормальных условиях 101,3 кПа).

8. Результаты эксперимента занести в таблицу 4.

9. Сравнить полученное значение концентрации на данный вид пыли с ГН 2.2.5.686-98, сделать вывод.

Таблица 4 – Результаты выполненного эксперимента и его обработки

m_1 , мг	m_2 , мг	$m_2 - m_1$, мг	V , л/мин	T , мин	t , °С	P , кПа	C_0 , мг/м ³	C , мг/м ³

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Определение пыли.
2. Методы определения запылённости воздушной среды.
3. Состав лабораторной установки.
4. Сущность весового метода.

5. Достоинства фильтра АФА.
6. Приборы, необходимые для определения концентрации пыли в воздухе.
7. Принцип работы aspirатора.
8. Приведение газа к нормальным условиям.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. ГОСТ 12.1.005-88. Межгосударственный стандарт. Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны" (утв. и введен в действие Постановлением Госстандарта СССР от 29.09.1988 N 3388) (ред. от 20.06.2000).
2. Поправка к ГОСТ 12.1.005-88* "Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны.
3. Кривошеин Д.А. Системы защиты среды обитания: учебное пособие / В.П. Дмитренко, Н.В Федотова. – М.: Академия, 2014. В 2 т. Т. 1. - 352 с.
4. Швыдкий В.С. Теоретические основы очистки газов. М.: Теплотехник, 2004. - 502 с.
5. Техника и технология защиты воздушной среды: Учебное пособие для вузов / В.В. Юшин, В.М. Попов, П.П.Кукин и др. – М.: Высшая школа, 2008. – 391 с.
6. Тимонин А.С. Основы конструирования и расчета технологического и природоохранного оборудования. Справочник. Калуга, Изд-во Н.Бочкаревой:, 2003.
7. Алиев Г. Техника пылегазоулавливания: справочник. – М.: Metallургия, 1988.

МИНОБРНАУКИ РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего профессионального образования
«Юго-Западный государственный университет»
(ЮЗГУ)

Кафедра охраны труда и окружающей среды

УТВЕРЖДАЮ

Первый проректор

проректор по учебной работе

Е.А. Кудряшов

2012 г.



Количественное определение цианистого водорода в объектах окружающей среды

Методические указания к проведению лабораторных занятий
по дисциплинам «Общая экология», «Экология», «Промышленная
экология», «Экология Курского края»
для студентов всех специальностей и направлений
очной и заочной формы обучения

Курск 2012

УДК 504

Составители: Л.П. Изотова, В.В. Протасов

Рецензент

Кандидат химических наук, доцент *О.Г. Меньшикова*

Количественное определение цианистого водорода в объектах окружающей среды: методические указания к проведению лабораторных занятий по дисциплинам «Общая экология», «Экология», «Промышленная экология», «Экология Курского края» / Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: Л.П. Изотова, В.В. Протасов. Курск, 2012. 9 с. Библиогр.: с. 8.

Излагается методика количественного определения цианистого водорода в объектах окружающей среды.

Предназначены для студентов всех специальностей и направлений очной и заочной формы обучения, изучающих дисциплины «Общая экология», «Экология», «Промышленная экология», «Экология Курского края».

Текст печатается в авторской редакции

Подписано в печать 6.09.12. Формат 60x84 1/16.

Усл. печ. л. 0,52. Уч.-изд.л. 0,47. Тираж 50 экз. Заказ 825 . Бесплатно.

Юго-Западный государственный университет.

305040, г. Курск, ул. 50 лет Октября, 94

Цель работы

Изучить и практически освоить методику количественного определения цианистого водорода в объектах окружающей среды, применяемую для оценки экологической безопасности при проведении мониторинга объектов окружающей среды, экологической экспертизы и промышленного контроля.

Методы изучения

1. Теоретический - пропись методики определения цианистого водорода в объектах окружающей среды
2. Практический - в лаборатории кафедры ОТ и ОС

1. Общие сведения

1.1. Физические свойства цианистого водорода

Цианистый водород $\text{H-C}\equiv\text{N}$ - бесцветный газ, с запахом горького миндаля, переходящий в жидкость ниже 26°C . Запах опознается при концентрации 0,002 - 0,005 мг/л. Температура кипения - 26°C , температура плавления $13,4^\circ\text{C}$. Смешивается с водой, этиловым спиртом и эфиром во всех отношениях. Смеси паров с воздухом, содержащие 6-40% HCN взрывоопасны; по силе взрыва превосходит тротил.

1.2. Химические свойства цианистого водорода

Цианистый водород - очень слабая кислота, вытесняется из солей фенолом, борной кислотой и CO_2 . В присутствии аммиака, следов щелочей цианистый водород темнеет, что связано с образованием продуктов полимеризации. При кипячении водных растворов (а также в щелочной среде) идет гидролиз цианистого водорода с образованием формиата аммония. Образует комплексные соединения. Из них важна так называемая «твердая синильная кислота» $\text{Ca}(\text{CN})_2 \cdot 2\text{HCN}$, применяемая для борьбы с вредителями сельского хозяйства; на воздухе она разлагается в течение 1 минуты на 100% с отщеплением HCN .

1.3. Токсикологические характеристики

Токсическое действие заключается в блокировании железосодержащих ферментов, катализирующих некоторые окислительные процессы. Поражение организма происходит при

вдыхании паров, при попадании цианистого водорода с водой и продуктами питания, путем резорбции через кожу. Начальные симптомы - металлический привкус во рту, головокружение, нарушение координации движений, тошнота, рвота; при тяжелых поражениях - судороги с потерей сознания, аритмия сердца, паралич дыхания. ПДК в воздушной среде=0,1 мг/м³. ПДК м. р.=0,1 мг/м³.

2. Назначение методики

Методика предназначена для количественного определения цианистого водорода в объектах окружающей среды при проведении оценки экологической безопасности окружающей среды, а также в процессе уничтожения токсических нитрилов и цианидов

3. Требования к технике безопасности

При проведении лабораторных работ, связанных с пробоотбором, пробоподготовкой и анализом исследуемых растворов, студенты обязаны строго руководствоваться требованиями инструкций по соблюдению мер техники безопасности при работе с вредными и токсическими веществами промышленности.

4. Принцип метода

Принцип метода основан на взаимодействии цианистого водорода с рабочими реагентами на основе реакции нуклеофильного взаимодействия с пероксида водорода с ароматическими аминами в щелочной среде с образованием окрашенных продуктов реакции.

5. Применяемые реактивы и растворители

1. 0,1 N натриевая щелочь.
2. Перекись водорода 30%.
3. О-толидин 2%.
4. Ацетон.
5. Дистиллированная вода. Этиловый спирт.

6. Применяемая посуда и средства измерения

1. Мерные колбы на 1000 и 5.00 мл. ГОСТ 103942.
2. Колбы плоскодонные на 100 мл, ГОСТ 11395.
3. Пипетки на 1,2,5 мл.
4. Мерные цилиндры на 100 и 500 мл, ГОСТ 1770.
5. Весы лабораторные технические типа ВЛР-200.

6. Пробирки, ГОСТ 10515.
7. Аспиратор модели типа 822.
8. Спектрофотометр «Spekol-220» или прибор, его замещающий.

7. Основные метрологические характеристики

Данная методика имеет следующие основные метрологические характеристики:

- чувствительность определения синильной кислоты составляет 2×10^{-4} мг/мл;
- диапазон определяемых концентраций синильной кислоты составляет от 2×10^{-4} до 2×10^{-2} мг/мл;
- точность и воспроизводимость метода характеризуется величиной относительного стандартного отклонения в диапазоне определяемых концентраций не превышающей $Sr=0,2$;
- полнота выхода красителя достигается через 40 мин;
- стойкость окраски составляет не менее 12 ч.

8. Приготовление стандартных растворов и построение градировочного графика

Исходный раствор цианистого водорода с концентрацией 1 мг/мл разбавляют этиловым спиртом и получают серии стандартных растворов с концентрациями 2×10^{-4} ; 1×10^{-3} ; 2×10^{-3} ; 5×10^{-3} ; 1×10^{-2} ; 2×10^{-2} мг/мл. Одновременно готовят холостые пробы по 3-4 параллельным изменениям. В полученные стандартные растворы прибавляют по 0,1 мл о-толидина (раствор №1) и по 0,2 мл смеси $H_2O_2 + NaOH$ в отношении 1:2 (раствор №2), пробы встряхивают и промеряют через 40-50 минут на длине волны 430 ± 5 нм. Среднее значение оптической плотности «холостой пробы» вычитают из общего значения оптической плотности промеряемого стандарт. По результатам промера стандартных растворов строят градировочную зависимость оптической плотности (D) от концентрации стандартного раствора (C).

9. Ход анализа

К экстракту анализируемой пробы объемом 5 мл добавляем 0,1 мл рабочего раствора и 0,2 мл раствора №2. После этого растворы встряхивают и через 40-50 минут проводят фотометрирование на длине волны $\lambda = 430 \pm 5$ нм. Пробу, оптическая плотность которой выше максимального стандарта разбавляют этиловым спиртом и

проводят повторное определение. Измерение оптической плотности проводят за вычетом оптической плотности «холостой» пробы.

10 Расчёт результатов анализа и объектах окружающей среды

Количество цианистого водорода в исследуемой пробе воздуха определяют по формуле

$$C = C_0 \cdot P \cdot V / U \quad (1)$$

где C_0 – концентрация цианистого водорода, найденная по градуировочному графику, мг/мл;

P - кратность разбавления пробы;

V - объём анализированной пробы, мл;

U - объём аспирируемого воздуха, л.

Количество цианистого водорода в исследуемой пробе воды определяют по формуле:

$$C = C_0 \cdot P \cdot V \cdot 1000, \quad (2)$$

где C_0 - концентрация цианистого водорода, найденная по градуировочному графику, мг/мл;

P - кратность разбавления пробы;

V - объём пробы, мл;

1000 - коэффициент пересчета в размерность на литр воды.

Количество цианистого водорода в исследуемой поверхности грунта определяют по формуле:

$$C = C_0 \cdot P \cdot V \cdot S, \quad (3)$$

где C_0 - концентрация цианистого водорода, найденная по градуировочному графику, мг/мл;

P - кратность разбавления пробы;

V - объём анализируемой Пробы (экстракта грунта), мл;

S - контролируемая поверхность, м².

Полученные результаты анализа сравнивают с предельно-допустимыми нормами для цианистого водорода в объектах окружающей среды.

11. Контрольные вопросы

1. Физико-химические свойства цианистого водорода.
2. Токсические свойства цианистого водорода.
3. Предельно-допустимые концентрации HCN.
4. Принцип спектрофотометрического метода определения цианистого водорода.
5. Формулы расчета концентрации HCN в исследуемых пробах.
6. Порядок приготовления стандартных растворов.
7. Понятие «холостой пробы».
8. Метрологические характеристики методики.

12. Контрольные задания

Определить значение концентраций цианистого водорода в исследуемой пробе воздуха:

1. Объём анализируемого воздуха 150 л.
2. Объём анализируемой пробы 10 мл.
3. Значение оптической плотности исследуемых растворов $D=0,05-3,0$.
4. Величина оптической плотности «холостой пробы» $D_{хол}=0,005$.
5. Время экспозиции $t=1-30$ мин.
6. Значения оптической плотности стандартных растворов цианистого водорода и основные метрологические характеристики метода приведены в Приложении 1.
10. Толщина кюветы 10-50 мм.

13. Содержание отчёта

- Название лабораторной работы и её цель.
- Расчётные формулы.
- Экспериментальные данные по определению цианистого водорода в исследуемых пробах.
- Результаты по решению контрольной задачи (из условий задания п. 12)
- Выводы.

Библиографический список

1. Дмитриев М. Г. и др. Санитарно-химический анализ загрязняющих веществ в окружающей среде, справочник. М : Химия, 1989, 264 с.
2. Методические указания по определению вредных веществ в воздухе, Минздрав РФ 2000, 253 с.
3. Вредные вещества в промышленности. Справочник для химиков, инженеров и врачей. Изд. 7-е, пер. и доп. В трех томах. Т.3. Неорганические и элементоорганические соединения. Пол ред. засл. деят. науки проф. Н.В. Лазарева, Л., «Химия», 1977. .
4. Лейте В. Определение загрязнений воздуха в атмосфере и на рабочем месте: Пер. с нем. - Л.: Химия. . - 340 с.
5. Перегуд К.А., Горелик Д.О. Инструментальные методы контроля загрязнения атмосферы. - Л.: Химия, 1981.-381 с.
6. АС кл. С G01N 21/78 Маханьков Ю.Д. Способ количественного определения цианистого водорода, 1986 г

Приложение

Значения оптической плотности стандартных растворов цианистого водорода ($n=10$, $P=0,95$, $D_{хол} = 0,005$, $\lambda_{max}=430$ нм, $l=10$ мм)


	Концентрация стандартных растворов, мг/мл						
	Оптическая плотность D						
	2×10^{-4}	1×10^{-3}	2×10^{-3}	5×10^{-3}	1×10^{-2}	2×10^{-2}	5×10^{-2}
1	0,002	0,054	0,120	0,290	0,530	0,903	>2
2	0,001	0,060	0,122	0,270	0,500	0,875	>2
3	0,002	0,055	0,1214	0,282	0,4852	0,952	>2
4	0,002	0,070	0,131	0,271	0,544	0,874	>2
5	0,002	0,055	0,132	0,284	0,520	0,902	>2
6	0,001	0,060	0,119	0,290	0,490	0,872	>2
7	0,002	0,055	0,120	0,280	0,502	0,942	>2
8	0,001	0,064	0,122	0,292	0,490	0,944	>2
9	0,001	0,065	0,124	0,274	0,482	0,902	>2
10	0,002	0,070	0,130	0,280	0,484	0,872	>2
D	0,015	0,040	0,060	0,283	0,491	0,905	>2
S _r	0,146	0,117	0,091	0,073	0,068	0,037	
±ε	0,008	0,004	0,006	0,020	0,040	0,050	

МИНОБРНАУКИ РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего профессионального образования
«Юго-Западный государственный университет»
(ЮЗГУ)

Кафедра охраны труда и окружающей среды

УТВЕРЖДАЮ
Первый проректор
проректор по учебной работе
Е.А. Кудряшов
«6» сентября 2012 г.



Измерение массовой концентрации нефтепродуктов в природных и сточных водах методом ИК - спектрометрии

Методические указания к проведению лабораторных занятий
по дисциплинам «Общая экология», «Экология», «Промышленная
экология», «Экология Курского края»
для студентов всех специальностей и направлений
очной и заочной формы обучения

Курск 2012

УДК 504

Составители: Л.П. Изотова, В.В. Протасов

Рецензент

Кандидат химических наук, доцент *О.Г. Меньшикова*

Измерение массовой концентрации нефтепродуктов в природных и сточных водах методом ИК - спектрометрии: методические указания к проведению лабораторных занятий по дисциплинам «Общая экология», «Экология», «Промышленная экология», «Экология Курского края» / Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: Л.П. Изотова, В.В. Протасов. Курск, 2012. 12 с.: табл. 2. Библиогр.: с. 12.

Излагается методика количественного определения нефтепродуктов в природных и сточных водах в ИК - области спектра.

Предназначены для студентов всех специальностей и направлений очной и заочной формы обучения, изучающих дисциплины «Общая экология», «Экология», «Промышленная экология», «Экология Курского края».

Текст печатается в авторской редакции

Подписано в печать 6.09.12. Формат 60x84 1/16.
Усл. печ. л. 0,70. Уч.-изд.л. 0,63. Тираж 50 экз. Заказ 826 . Бесплатно.
Юго-Западный государственный университет.
305040, г. Курск, ул. 50 лет Октября, 94

Цель работы

Изучить и практически освоить методику измерения массовой концентрации нефтепродуктов в пробах сточных вод методом ИК-спектроскопии на приборах применяемую для оценки экологической безопасности при проведении мониторинга объектов окружающей среды, экологической экспертизы и промышленного контроля.

Методы изучения

1. Теоретический - пропись методики определения массовой концентрации нефтепродуктов в воде в ИК-области спектра.
2. Практический - в лаборатории кафедры ОТ и ОС.

1. Назначение методики

Методика предназначена для количественного определения нефтепродуктов в природной и сточной воде при проведении оценки экологической безопасности исследуемых проб объектов окружающей среды.

2. Основные метрологические характеристики

2.1. Нормы погрешности измерений

Нормы погрешности измерений в диапазоне концентраций нефтепродуктов от 0,05 до 50 мг/л устанавливаются согласно ГОСТ 27384. Общая погрешность при определении содержания нефтепродуктов в сточных водах не должна превышать для указанных диапазонов концентраций следующих величин:

- до 0,1 мг/дм³ - 30%;
- от 0,1 до 0,5 мг/дм³ - 25%;
- от 0,5 до 50 мг/дм³ - 20%.

2.2. Характеристики погрешности измерений

Данная методика обеспечивает получение результатов анализа с погрешностями, не превышающими значений, рассчитанных по соотношениям, приведенным в таблице 1.

Таблица 1. Характеристики погрешностей результатов анализа

Диапазон анализируемых содержаний, мг/л	Наименование метрологической характеристики			
	Характеристика погрешности Δ , мг/л ($P=0,95$)	Норматив оперативного контроля погрешности, Δ , мг/л ($P=0,95, m=5$)	Норматив оперативного контроля воспроизводимости Δ , мг/л ($P=0,95, m=5$)	Норматив оперативного контроля сходимости Δ , мг/л ($P=0,95, m=5$)
от 0,05 до 0,10	0,68X	0,86X	0,75X	0,61X
св. 0,10 до 1,00	0,47X	0,68X	0,53X	0,45X
св. 1,0 до 25,0	0,24X	0,34X	0,26X	0,19X
св. 25	0,1 ох	0,14X	0,1 IX	0,08X

3. Принцип метода

Принцип метода заключается в экстракции эмульгированных и растворенных нефтепродуктов из воды четыреххлористым углеродом с последующим отделением данных веществ от сопутствующих соединений на сорбционной колонке, заполненной оксидом алюминия, и определении массовой концентрации исследуемых органических веществ в ИК-области спектра.

4. Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

4.1. Средства измерений и вспомогательное оборудование

1. Анализатор нефтепродуктов типа АН-1 или КН-1.
2. Весы лабораторные общего назначения, 2 кл. точности, ГОСТ 24104.
3. Печь муфельная любого типа, позволяющая получать и поддерживать температуру 800-850° С.
4. Сушильный шкаф с терморегулятором и термометром до 200° С ГОСТ 215.

4.2. Посуда

1. Цилиндры мерные 2-50, 2-100, ГОСТ 1770.
2. Колбы мерные 2-250-2; 2-25-2, ГОСТ 1770.
3. Пипетки 4(5)-2-2; 6(7)-2-5; 6(7)-2-10; 2-2-25; ГОСТ 20292
4. Бюксы, ГОСТ 7148.
5. Стаканчики для взвешивания, СВ ГОСТ 25336.

6. Колонка хроматографическая с внутренним диаметром 10 мм (прилагается к прибору).

7. Бутыли из стекла с притертыми пробками вместимостью 500, 1000, 2000 см³ для отбора и хранения проб.

4.3. Реактивы и материалы

1. Оксид алюминия, ч.д.а. II степень активности, ТУ 6-09-426. Перед употреблением прокаливают в муфельной печи при 600°C в течение 4 ч, после чего добавляют к прокаленному оксиду дистиллированную воду (3% масс) и выдерживают в течение суток при комнатной температуре.

2. Углерод четыреххлористый ГОСТ 20288 х.ч. или ч.д.а. Проверку спектральной чистоты CCl₄ проводят на спектрометре типа АН-1 (КН-1), выставив нулевое показание по пустой кювете. Затем заливают в кювету CCl₄. Если показания превышают "10", то его очищают перегонкой или пропускают через регенератор.

3. Кислота серная, ГОСТ 4204-77, разбавленная 1:10.

4. Натрий серноокислый, безводный ГОСТ 4166-76, х. ч; ч.д.а.

Перед использованием реактив прокаливают при 110°C в течение 3 ч.

5. Кислота азотная, ГОСТ 4461.

6. Калий двуххромовокислый, ГОСТ 4220, х.ч. или ч.д.а.

7. Стандартные образцы состава

- бензол, х.ч.;
- н-гексадекан, х.ч. ;
- изоактан, х.ч.

8. Вода дистиллированная, ГОСТ 6709.

9. Волокно стеклянное, ГОСТ 10727.

5. Условия безопасного проведения работы

5.1. При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами ГОСТ 12.4.021.

5.2. Электробезопасность при работе с электроустановками, ГОСТ 12.1.019

5.3. Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 иметь средства

пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

6. Условия выполнения измерений

При выполнении измерений в лаборатории согласно ГОСТ 15150 должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха $(20 \pm 3)^\circ \text{C}$;
- атмосферное давление $84,0 \div 106,7$ кПа ($630 \div 800$ мм.рт.ст);
- относительная влажность $(80 \pm 5)\%$;
- напряжение сети (220 ± 10) В;
- частота переменного тока (50 ± 1) Гц.

7. Подготовка к выполнению измерений

Бутыли для отбора и хранения проб, посуду для анализа моют раствором хромовой смеси и промывают дистиллированной водой.

Посуда для определения нефтепродуктов проверяется на чистоту, для чего сухую посуду ополаскивают четыреххлористым углеродом (не менее 5 мл), сливают его в кювету прибора типа АН-1 (КН-1), при этом показания должны быть близки к значениям; полученным при проверке четыреххлористого углерода. Если показание прибора превышает это значение, то операцию ополаскивания повторяют до получения желаемого результата.

Отбор проб производится в соответствии ГОСТ 17.1.4.01.

Объем отобранной пробы в зависимости от содержания нефтепродуктов в воде должен соответствовать значениям, указанным в таблице 2.

Таблица 2. Объемы отобранных проб

Содержание нефтепродуктов, мг\дм ³	Объем пробы, дм ³	Посуда
от 0,05 до 1,0	2,0 + 0,2	стеклянная посуда
1,0 до 5,0	1,0 + 0,1	с притертой
5,0 до 10	0,5 + 0,005	пробкой

Экстракцию нефтепродуктов из воды проводят в день отбора пробы (при невозможности проведения экстракции в течение этого срока пробу консервируют добавлением смеси серной кислоты и четыреххлористого углерода из расчета 2 см³ концентрированной кислоты и 10 см³ четыреххлористого углерода на 1 л пробы).

8. Приготовление градуировочных растворов трехкомпонентной смеси (ТКС) в четыреххлористом углероде.

В мерную колбу вместимостью 23 см^3 отбирают пипеткой $2,7 \text{ см}^3$ изооктана, $2,4 \text{ см}^3$ гексадекана и $1,4 \text{ см}^3$ бензола. Колбу закрывают пришлифованной пробкой и перемешивают.

Приготовленный раствор ТКС отвечает следующему составу:

- изооктан - 37,3% масс.;
- гексадекан - 37,5% масс.;
- бензол - 25% масс.

Далее навеску ТКС массой $0,25 \text{ г}$, взвешенную в стаканчике, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3 , обмывают стаканчик 4-5 раз порциями (по 5 см^3) четыреххлористого углерода, доливают четыреххлористого углерода до метки и тщательно перемешивают. Раствор хранят в стеклянной ёмкости с притертой пробкой (срок хранения раствора 6 месяцев).

После этого с помощью пипетки объемом 25 см^3 отбирают аликвоту раствора (концентрация ТКС $1,00 \text{ г/дм}^3$), помещают ее в мерную колбу вместимостью 250 см^3 , доводят до метки четыреххлористым углеродом и перемешивают. Раствор хранят в стеклянной емкости с притертой пробкой (срок хранения раствора 1 месяц).

Для установления и контроля градуировочной характеристики исходный четыреххлористый углерод заливают в кювету с длиной поглощающего слоя 40 мм , устанавливают в кюветный отсек и выставляют нулевое показание. Затем заливают в кювету градуировочный раствор с концентрацией 100 мг/дм^3 и выставляют показание "100". Записывают показание при отсутствии кюветы в кюветном отсеке. Это показание является контрольным для проверки и установки нуля.

С целью подготовки хроматографической колонки в ее нижнюю часть помещают слой стекловолокна или ваты (приблизительно 1 см), предварительно промытых в четыреххлористом углероде и высушенных. В колонку засыпают 6 г оксида алюминия и вновь помещают слой стекловолокна ($0,5 \text{ см}$). Оксид алюминия в колонке необходимо использовать однократно.

9. Выполнение измерений

В сосуд с пробой воды (см. таблицу 2) приливают разбавленную

серную кислоту из расчета 2 см³ кислоты на 100 см³ пробы и переносят пробу в экстрактор. Если проба воды была предварительно законсервирована, серную кислоту не добавляют. Сосуд, в котором находилась проба, ополаскивают 10 см³ четыреххлористого углерода и добавляют этот растворитель в экстрактор. Прибавляют еще 20 см³ ССl₄ в экстрактор (если проба была законсервирована ССl₄, то добавляют его столько, чтобы общее количество ССl₄ было 30 см³) и включают экстрактор на 4 мин, отстаивают эмульсию в течение 10 мин. После расслоения эмульсии нижний слой сливают в цилиндр вместимостью 100 см³. Экстракт сушат безводным сульфатом натрия в течение 30 мин (не менее: 5 г сульфата натрия на 30 см³ экстракта до его осветления). После чего экстракт осторожно сливают в цилиндр вместимостью 50 мл.

Затем анализируемую воду переливают из экстрактора в мерный цилиндр или мензурку соответствующей вместимости и фиксируют объем воды.

В подготовленную колонку наливают 8 см³ четыреххлористого углерода для смачивания. Как только четыреххлористый углерод впитается в оксид алюминия, выливают экстракт тремя порциями приблизительно по 10 см³. Необходимо следить, чтобы уровень жидкости не опускался ниже слоя оксида алюминия. После прохождения пробы в колонку вливают дополнительно 5 см³ четыреххлористого углерода, которым предварительно ополаскивают стенки цилиндра. Элюат собирают в цилиндр вместимостью 50 см³, причем первые 4 см³ элюата отбрасывают. Измеряют объем элюата. Элюат заливают в кювету и устанавливают в прибор типа АН-1 (КН-1). Фиксируют показания прибора, соответствующие количеству нефтепродуктов в 1 см³ элюата. Расчет данной концентрации осуществляется по программе для стандартных концентраций нефтепродуктов при разработке прописи методики.

10. Обработка результатов измерений

Концентрацию нефтепродуктов в воде вычисляют по формуле:

$$C_x = C_{\text{изм}} \cdot V \cdot K \cdot 1000 / V, \text{ мг/дм}^3 \text{ (мг/л)}, \quad (1)$$

где $C_{\text{изм}}$ – содержание нефтепродуктов в элюате, измеренное на приборе, мг/дм³ (мг/мл); V – объем экстракта, пошедшего на анализ, см³ (мл); V – объем пробы воды, взятой для определения, см³ (мл); K – кратность разбавления пробы; 1000 – коэффициент пересчета в размерность, дм³ (л).

11. Контроль точности измерений

11.1. Оперативный контроль воспроизводимости

Образцами для контроля являются пробы сточных вод, взятые в точках контроля исследуемой воды. Объем отобранной для контроля пробы должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения анализа по методике. Отобранный объем делят на две равные части и анализируют в точном соответствии с прописью методики, получая два результата анализа в разных условиях проведения анализа, т.е. используют разные наборы мерной посуды, разные партии реактивов, в работе участвуют 2 студента.

Два результата анализа не должны отличаться друг от друга на величину допускаемых расхождений между результатами анализа:

$$(X_1 - X_2) < D, \quad (2)$$

где X_1 - результат анализа рабочей пробы; X_2 - результат анализа этой же пробы, полученной в другой лаборатории или этой же, но другим аналитиком с использованием другого набора мерной посуды и других партий реактивов; D - норматив оперативного контроля воспроизводимости (допускаемые расхождения между результатами анализа одной и той же пробы).

Допускаемые расхождения между результатами 2-х анализов приведены в таблице 1 .

При превышении норматива оперативного контроля воспроизводимости анализ повторяют. При повторном превышении указанного норматива D выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам анализа, и устраняют их.

11.2. Оперативный контроль погрешности

Образцами для контроля являются реальные пробы сточных вод, взятые в точках контроля исследуемых вод. Объем отобранной пробы для контроля должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения анализа по методике. Отобранный объем делят на две равные части, первую из которых анализируют в точном соответствии с прописью методики и получают результат анализа исходной рабочей пробы – X_1 , вторую разбавляют дистиллированной водой в два раза и снова делят на две равные части,

первую из которых анализируют в точном соответствии с прописью методики, получая результат анализа рабочей пробы, разбавленной в два раза, - X_2 , а во вторую часть делают добавку известного количества определяемого компонента нефтепродуктов C и анализируют в точном соответствии с прописью методики, получая результат анализа рабочей пробы, разбавленной в два раза, с добавкой - X_3 (результаты анализа исходной рабочей пробы X_1 , рабочей пробы, разбавленной в два раза, X_2 , и рабочей пробы, разбавленной в два раза, с добавкой X_3 , получают, по возможности, в одинаковых условиях, т.е. их получает аналитик с использованием одного набора мерной посуды, одной партии реактивов и т.д.).

Решение об удовлетворительной погрешности принимают при выполнении условия [3-7]:

$$(X_3 - X_2 - C) + (2 \cdot X_2 - X_1) < K, \quad (3)$$

где X_1 - результат анализа рабочей пробы; X_2 - результат анализа рабочей пробы, разбавленной в два раза; X_3 - результат анализа рабочей пробы, разбавленной в два раза, с добавкой определяемого компонента; C - величина добавки определяемого компонента; K - норматив оперативного контроля погрешности. Значения K приведены в таблице 1.

При смене партий реактивов проведение оперативного контроля погрешности обязательно.

При превышении норматива оперативного контроля погрешности анализ повторяют. При повторном превышении указанного норматива K выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля и устраняют их, то есть выявляют источники систематической и случайной составляющих погрешности анализа.

12. Контрольные вопросы

1. Физико-химические свойства нефтепродуктов.
2. Токсикологические свойства нефтепродуктов.
3. Предельно-допустимые концентрации нефтепродуктов в природной и сточной воде.
4. Принцип спектральных методов анализа.
5. Характеристика анализа в ИК-области спектра.
6. Принцип работы ИК-спектрометра.
7. Понятие чувствительности в ИК-области спектра.

8. Формула расчета концентрации нефтепродуктов в пробе воды.
9. Основные метрологические характеристики метода.
10. Порядок построения градуировочного графика.
11. Порядок приготовления стандартных растворов.
12. Понятие «холостой» пробы.
13. Основные составляющие суммарной погрешности анализа.
14. Формы оперативного контроля достоверности результатов анализа.

13. Контрольные задания

1. Объем анализируемой воды 1-10 л.
2. Концентрация нефтепродуктов в исследуемой воде 5-500 мг/л.
3. Кратность разбавления пробы 1-10 раз.
3. Сточные воды без предварительной очистки.
4. Значение ПДК по нефтепродуктам 1÷50.
5. Природная вода содержит примеси, мешающие определению на характеристических полосах спектра в ИК-области.
6. ИК-спектрометр АН-1 имеет погрешность измерения на пределе чувствительности более 80%.
7. Прибор АН-1 имеет процессор и программное обеспечение для построения калибровочного графика и расчета концентрации нефтепродуктов в пробе.

14. Содержание отчета

1. Название лабораторной работы и ее цель.
 2. Расчетные формулы.
 3. Экспериментальные данные по определению нефтепродуктов в исследуемых пробах воды.
 4. Результаты по решению контрольной задачи (из условий задания п. 13).
 5. Выводы.
- Форма записи результатов лабораторного анализа приведены в Приложении.

Библиографический список

1. Дмитриев М.Г. и др. Санитарно-химический анализ загрязняющих веществ в окружающей среде, справочник, М.: Химия, 1989, 264 с.
2. Вредные вещества в промышленности. Справочник для химиков, инженеров и врачей. Изд. 7-е, пер. и доп. В трёх томах. Том 3. Неорганические и элементоорганические соединения. Под ред. засл. деят. науки проф. Н.В. Лазарева, Л., «Химия», 1977.
3. ГОСТ Р 8.563: ГСИ. Методики выполнения измерений. - М.: Изд-во стандартов, 1997, 26 с.
4. ГОСТ 8.011: ГСИ. Показатели точности измерения и формы представления результатов измерения. - М.: Изд-во стандартов, 1972, 22 с.
5. Термины, определения и обозначения метрологических характеристик анализа // Журнал аналитической химии.- 1975, 925 с.
6. Рекомендации по метрологической оценке результатов определений //Журнал аналитической химии,- 1978, 202 с.
7. Крищенко В.П. Ближняя инфракрасная спектроскопия / Научно-методический центр по инфракрасной спектроскопии. - М., 1997.- 638 с.

Приложение

Форма представления результатов лабораторного анализа

№ пробы	Наименование фракции нефтепродукта	Результат определения, мг/л	Расхождение между параллельными определениями, мг/л		Результат анализа в исследуемой пробе, мг/л	Вывод по ПДК
			фактическое	допускаемое		
1	2	3	4	5	6	7
1	нефть	1	1	1	1	
		2	2	2	2	
		среднее	среднее	среднее	среднее	
2	средняя	1	1	1	1	
		2	2	2	2	
		среднее	среднее	среднее	среднее	
3	легкая	1	1	1	1	
		2	2	2	2	
		среднее	среднее	среднее	среднее	

ПДК в воде нефтепродуктов 0,1 мг/ дм³ (СанПиН 2.1.4.1074-01)

ПДК нефтепродуктов в воде рыбхозов и водоемов 0,05 мг/ дм³

МИНОБРНАУКИ РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего профессионального образования
«Юго-Западный государственный университет»
(ЮЗГУ)

Кафедра охраны труда и окружающей среды

УТВЕРЖДАЮ

Первый проректор
проректор по учебной работе
Е.А. Кудряшов



«6» сентября 2012 г.

Измерение массовой концентрации сульфат - ионов в пробах природных и сточных вод турбидиметрическим методом

Методические указания к проведению лабораторных занятий
по дисциплинам «Общая экология», «Экология», «Промышленная
экология», «Экология Курского края»
для студентов всех специальностей и направлений
очной и заочной формы обучения

Курск 2012

УДК 504

Составители: Л.П. Изотова, В.В. Протасов

Рецензент

Кандидат химических наук, доцент *О.Г. Меньшикова*

Измерение массовой концентрации сульфат - ионов в пробах природных и сточных вод турбидиметрическим методом: методические указания к проведению лабораторных занятий по дисциплинам «Общая экология», «Экология», «Промышленная экология», «Экология Курского края» / Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: Л.П. Изотова, В.В. Протасов. Курск, 2012. 12 с.: табл. 2. Библиогр.: с. 10.

Излагается методика количественного определения концентрации сульфат - ионов в пробах природных и сточных вод турбидиметрическим методом.

Предназначены для студентов всех специальностей и направлений очной и заочной формы обучения, изучающих дисциплины «Общая экология», «Экология», «Промышленная экология», «Экология Курского края».

Текст печатается в авторской редакции

Подписано в печать 6.09.12. Формат 60x84 1/16.

Усл. печ. л. 0,70. Уч.-изд.л. 0,63. Тираж 50 экз. Заказ 238. Бесплатно.

Юго-Западный государственный университет.

305040, г. Курск, ул. 50 лет Октября, 94

Цель работы

Изучить и практически освоить методику измерения массовой концентрации сульфат-ионов турбидиметрическим методом в пробах природной и сточной воды, применяемую для оценки экологической безопасности при проведении мониторинга объектов окружающей среды, экологической экспертизы и промышленного контроля.

Методы изучения

1. Теоретический - пропись методики определения концентрации сульфат-ионов в исследуемых пробах воды.
2. Практический - в лаборатории кафедры ОТ и ОС

1. Назначение методики

Методика предназначена для количественного определения сульфат-ионов в исследуемых пробах природной и сточной воды при проведении оценки экологической безопасности окружающей среды.

2. Принцип метода

Метод количественного определения сульфат-ионов в воде основан на образовании стабилизированной суспензии сульфата бария в соляно-кислой среде с последующим измерением величины оптической плотности исследуемых проб.

3. Основные метрологические характеристики

Данная методика имеет следующие основные метрологические характеристики:

- чувствительность определения сульфатов составляет $1 \cdot 10^{-3}$ мг/л;
- точность и воспроизводимость метода характеризуется величиной относительного стандартного отклонения в диапазоне определяемых концентраций не превышает $S_r \leq 0,15$;
- доверительный интервал в линейном диапазоне определяемых концентраций лежит в пределах от 0,002 до 0,050.

4. Характеристики погрешности измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей величин, указанных в таблице 1.

5. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

5.1 Средства измерения и стандартные образцы

1. Прибор для фотометрического анализа (фотометр, фотоэлектроколориметр или спектрофотометр, позволяющий измерять оптическую плотность в диапазоне 600-670 нм в кюветах с толщиной

поглощающего слоя 10-50 мм.

Таблица 1. Характеристики погрешности методики выполнения измерений при доверительной вероятности $P=0,95$, $n=5$.

Диапазон измерений, мг/л	Характеристика общей погрешности $\pm\delta$, %	Характеристика случайной составляющей погрешности $\sigma(\delta)$, %	Характеристика систематической составляющей погрешности $\pm\delta_c$, %
от. 10 до 50	15	12	8
свыше 50 до 1000	10	10	6

2. Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности (например, ВЛР-200, ВЛА-200) по ГОСТ 24104.

3. Меры массы по ГОСТ 7328.

4. Колбы мерные вместимостью 100, 50, 25 см³ 2-го класса точности по ГОСТ 1770.

5. Пипетки с одной отметкой 2-го класса точности вместимостью 5, 10, 25, 50 см³ по ГОСТ 29169-91.

6. Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1, 2, 5, 10 см³ по ГОСТ 29227.

7. Государственный стандартный образец состава раствора сульфат-иона (1 мг/мл) ГСО 7253.

Допускается использование средств измерения и стандартных образцов с аналогичными или лучшими метрологическими характеристиками.

5.2. Реактивы

1. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

2. Барий хлористый, ч.д.а. по ГОСТ 4108.

3. Глицерин, ч.д.а. по ГОСТ 6259.

4. Кислота борная, х.ч. по ГОСТ 9656.

5. Кислота соляная, х.ч. по ГОСТ 3118.

5.3. Вспомогательные устройства и материалы

1. Фильтры обеззоленные. "синяя лента", по ТУ 6-09-1678.

2. Колбы конические вместимостью 25, 100, 500, 1000 см³ по ГОСТ 25336.

3. Воронки лабораторные по ГОСТ 25336.

4. Бутыли стеклянные и полиэтиленовые для хранения вспомогательных растворов, а также для хранения и транспортировки проб.

6. Условия безопасного проведения работы

6.1. При выполнении измерений массовой концентрации сульфата необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007.

6.2. Требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019.

6.3. Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

6.4. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать допустимых значений по ГОСТ 12.1.005.

7. Условия выполнения измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны быть "соблюдены следующие условия:

- температура воздуха $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$;
- атмосферное давление 84,0-106,7 кПа (630-800 мм рт.ст.);
- влажность воздуха не более 80% при температуре 25°C ;
- напряжение в сети (220 ± 10) В;
- частота переменного тока (50 ± 1) Гц.

8. Подготовка к выполнению измерений

Отбор проб сточной воды - по НВН 33.5.3.01. Объем отбираемой пробы составляет не менее 100 см^3 . Пробу можно не консервировать, однако при наличии соединений серы иных форм (сульфиты, сульфиды, тиосульфата) проба должна быть проанализирована в течение 2 час.

При подготовке к выполнению измерений должны быть проведены следующие работы: приготовление вспомогательных и градуировочных растворов и проверка исправности средств измерения (фотометра, фотоколориметра, спектрофотометра).

8.1. Приготовление осадительной смеси

Для приготовления осадительной смеси 60 г хлорида бария и 30 г борной кислоты растворяют при нагревании в $500-600 \text{ см}^3$ дистиллированной воды и охлаждают. Приливают 200 см^3 глицерина, 50 см^3 концентрированной соляной кислоты, разбавляют

дистиллированной водой до 1000 см^3 , перемешивают и оставляют на 2 -3 дня. Затем приготовленный раствор декантируют с осадка.

8.2. Приготовление рабочего раствора сульфат-иона с массовой концентрацией 100 мг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают 5 см^3 ГСО состава раствора сульфат-иона, (массовая концентрация 1 мг/ см^3), разбавляют до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Срок хранения полученного раствора - 3 месяца.

При использовании ГСО с концентрацией сульфат-иона 10 мг/см^3 , необходимо приготовить промежуточный раствор с концентрацией 1 мг/см^3 , разбавляя в мерной колбе 5 см^3 раствора ГСО до 50 см^3 дистиллированной водой.

8.3. Приготовление градуировочных растворов

В шесть мерных колб вместимостью 50 см^3 помещают по 20 см^3 осадительного раствора и затем в пять из них приливают по каплям $2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 \text{ см}^3$ рабочего раствора сульфат-иона с концентрацией 100 мг/дм^3 , что соответствует его содержанию ОД; $0,4; 0,6; 0,8; 1,0 \text{ мг}$ в 50 см^3 , и затем содержимое всех колб (включая колбу, в которую сульфат-ион не добавляли) разбавляют до метки дистиллированной водой.

Растворы перемешивают в течение 30 сек и через 5-10 мин измеряют оптическую плотность каждого раствора относительно раствора, приготовленного без сульфат-иона («холостой» раствор). Измерения для каждого раствора должны производиться строго в одно и то же время после добавления раствора сульфат-иона.

8.4. Построение градуировочного графика

Через 5-10 мин после - приготовления растворов измеряют оптическую плотность (не менее пяти отсчетов) полученных растворов на длине волны $600-670 \text{ нм}$ в зависимости от спектральных характеристик светофильтра, входящего в комплект прибора. При использовании спектрофотометров измерения производят на длине волны $650 \pm 5 \text{ нм}$. Одновременно готовят 3-5 «холостых» проб.

После измерения стандартных растворов и «холостой» пробы вычисляют среднее арифметическое полученных значений оптической плотности, и строят градуировочный график в координатах оптическая плотность - содержание сульфата в растворах

градуировочной серии, мг/мл. Значение оптических плотностей определяют за вычетом оптической плотности «холостой» пробы.

Рекомендуется для хранения и обработки градуировочного графика использовать возможности микропроцессора прибора и программы для ПЭВМ. Значения $D=f(C)$ должны быть в линейном диапазоне градуировочного графика с величиной коэффициента корреляции не менее $R=0,9998$. Графически калибровочный график строят по линейному уравнению $y = a \cdot x + b$ в координатах x и y .

9. Выполнение измерений

Пробу сточной воды фильтруют через фильтр "синяя лента", отбрасывая первые порции фильтрата. Затем анализируют две аликвотные порции воды. Содержание сульфата в аликвотной порции должно составлять 0,2-1,5 мг, желательно 0,5-1,5 мг.

В три мерные колбы вместимостью 50 см³ помещают по 20 см³ осадительной смеси, затем в две из них по каплям вносят 1-20 см³ анализируемой пробы. Содержимое всех колб быстро доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают в течение 30 сек и через 5-10 мин (точное значение времени выдержки должно быть таким же, как и при приготовлении градуировочных растворов) измеряют оптическую плотность растворов проб относительно раствора, приготовленного без введения пробы («холостой» пробы). Условия измерения оптической плотности - те же, что и при построении градуировочной зависимости.

Значения оптической плотности исследуемой пробы воды определяют за вычетом значения оптической плотности «холостого» раствора, а затем количественно определяют концентрацию сульфатов с использованием калибровочного графика $D=f(C)$.

Примечание. Если содержание сульфата в аликвотной порции пробы оказывается менее 0,2 мг/мл или более 1,5 мг/мл, то анализ повторяют, изменив аликвотную порцию. При величине оптической плотности пробы $D>1$ исследуемую пробу разбавляют и проводят повторное определение.

10. Обработка результатов измерений

Массовую концентрацию сульфата в пробе вычисляют по формуле:

$$X = 1000 \cdot Q \cdot p / V, \text{ мг/л}, \quad (1)$$

где Q - содержание сульфата в аликвотной порции пробы, найденное по градуировочному графику, мг; p - кратность разбавления пробы; 1000 - коэффициент пересчета в размерность, л; V - объем аликвотной порции пробы, см³.

11. Контроль погрешности измерений

11.1. Оперативный контроль воспроизводимости

Образцами для контроля являются пробы природных и сточных вод, подлежащих анализу по данной методике.

Отобранный объем делят на две равные части и анализируют в точном соответствии с настоящей методикой, максимально варьируя условия проведения анализа, т.е. получают два результата анализа, используя разные наборы мерной посуды, разные партии реактивов. В работе должны участвовать два аналитика. Результаты контроля признаются удовлетворительными, если выполняется условие:

$$|X_1 - X_2| < 0,01 \cdot S_r \cdot X, \quad (4)$$

где X_1 - результат анализа рабочей пробы, мг/дм³; X_2 - результат анализа этой же пробы, полученный другим аналитиком с использованием другого набора мерной посуды и других партий реактивов, мг/дм³; S_r - допускаемые расхождения между результатами анализа одной и той же пробы, %.

Значения S_r выбирают в соответствии с найденным значением X по таблице 2

Таблица 2. Нормативы оперативного контроля сходимости и воспроизводимости для $P = 0,95$.

Диапазон концентраций, мг/л	Нормативы оперативного контроля	
	сходимости, S_r отн, % (для двух результатов параллельных определений, $n=5$)	воспроизводимости, $S_{r\Delta}$, % (для результатов измерений, $m=5$)
от 10 до 50 включительно	16	20
свыше 50 до 1000 включительно	12	17

При превышении норматива оперативного контроля воспроизводимости анализ повторяют. При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

11.2. Оперативный контроль погрешности

Образцами для контроля погрешности также являются пробы природных и сточных вод, подлежащих анализу по данной методике.

Объем отобранной пробы для контроля должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения анализа по методике.

Отобранный объем также делят на две равные части, первую из которых анализируют в точном соответствии с изложенной методикой и получают результат анализа исходной рабочей пробы X (мг/дм³), а во вторую часть делают добавку определяемого компонента (C_d , мг/дм³) и также анализируют, получая результат анализа рабочей пробы с добавкой (X' , мг/дм³). Величина добавки должна составлять 50-150 % от концентрации в исходной пробе. Результаты анализа исходной рабочей пробы и рабочей пробы с добавкой получают по возможности в одинаковых условиях, т.е. их получает один аналитик с использованием одного набора мерной посуды, одной партии реактивов и т.д.

Решение об удовлетворительной погрешности принимают при выполнении условия:

$$(X' - X - C_d) < K_d, \quad (4)$$

где X - результат анализа рабочей пробы, мг/дм³; X' - результат анализа рабочей пробы с добавкой определяемого компонента, мг/дм³; C_d - значение добавки сульфата, мг/дм³; K_d - норматив оперативного контроля погрешности, мг/дм³.

12. Контрольные вопросы

1. Физико-химические свойства органических и неорганических сульфатных соединений.
2. Токсикологические свойства сульфатных соединений
3. Предельно-допустимые концентрации сульфат-ионов в воде.
4. Понятие оптического закона Бугера-Ламберта-Бэра.
5. Принцип спектрометрического метода определения веществ.
6. Формула расчета концентраций сульфат-ионов в исследуемых пробах.
7. Порядок приготовления стандартных растворов.
8. Порядок построения градуировочного графика.
9. Понятие «холостой» пробы.
10. Основные метрологические характеристики метода определения веществ.
11. Понятие чувствительности методики анализа веществ в пробах.

12. Определение точности и воспроизводимости результатов анализа.

Контрольные задания

Определить значение концентраций сульфат-ионов в исследуемых пробах воды при условиях:

1. Объем исследуемой пробы 10 мл.
2. Значения оптической плотности исследуемых растворов $D=0,05-1,5$.
3. Величина оптической плотности «холостой» пробы $D_{хол}=0,006$.
4. Значения оптической плотности стандартных растворов сульфата и основные метрологические характеристики метода приведены в Приложении.
4. Толщина кюветы к прибору 10 мм.
5. Значения концентраций сульфат-ионов лежит в пределах от 1 до 10 мг/л.
6. Классы опасности сульфатных соединений от 1 до 4 классов.
7. Другие гидро-химические показатели в исследуемых пробах предварительно определены по санитарным нормам.
8. Измерительный прибор (спектрофотометр) имеет предел измерения оптической плотности 1,0.

13. Содержание отчета

9. Назначение лабораторной работы и ее цель.
10. Расчетные формулы.
11. Экспериментальные данные по определению сульфат-ионов в исследуемых пробах.
12. Результаты по решению контрольной задачи (по условию задания).
13. Выводы.

Библиографический список

1. Дмитриев М.Г. и др. Санитарно-химический анализ загрязняющих веществ в окружающей среде, справочник, М.: Химия, 1989, 264 с.
2. Вредные вещества в промышленности. Справочник для химиков, инженеров и врачей. Изд. 7-е, пер. и доп. В трёх томах. Том 3.

Неорганические и элементарорганические соединения. Под ред. засл. деят. науки проф. Н.В. Лазарева, Л., «Химия», 1977.

3. Унифицированные методы исследования качества вод. - М.: СЭВ, ч. 1, т. 1, 1987.

4. Беспаятное Г. П., Кротов Ю. А. Предельно допустимые концентраций химических веществ в окружающей среде. Л.:Химия, 1987, 429 с.

5. Новиков Ю.Ю., Ласточкина КС., Болдина З.Н. Методы исследования качества воды водоемов. - М.: Медицина, 1990.

6. Руководство по химическому анализу поверхностных вод суши/Под ред. А.Д. Семенова. - Л.: Гидрометеоздат, 1977. - 542 с.

7. Термины, определения и обозначения метрологических характеристик анализа // Журнал аналитической химии. - 1975, 925 с.

Приложение

Значения оптической плотности стандартных растворов сульфат-ионов в сточной воде ($n=10$, $P=0,95$, $\bar{D}_{\text{хол}}=0,006$, прибор КФК-2, $\lambda_{\text{max}}=650$ нм).

n	Оптическая плотность (D)						
	Значения концентраций сульфат-ионов, мг/мл						
	1×10^{-3}	2×10^{-3}	5×10^{-3}	1×10^{-2}	2×10^{-2}	5×10^{-2}	1×10^{-1}
1	0,009	0,019	0,058	0,124	0,230	0,620	>1,0
2	0,010	0,021	0,060	0,126	0,231	0,642	>1,0
3	0,009	0,022	0,064	0,130	0,228	0,656	>1,0
4	0,012	0,024	0,059	0,124	0,236	0,664	>1,0
5	0,009	0,023	0,060	0,126	0,234	0,652	>1,0
6	0,010	0,018	0,064	0,131	0,245	0,651	>1,0
7	0,012	0,021	0,069	0,136	0,244	0,631	>1,0
8	0,014	0,020	0,062	0,127	0,239	0,653	>1,0
9	0,010	0,022	0,064	0,129	0,240	0,636	>1,0
10	0,012	0,019	0,065	0,132	0,242	0,658	>1,0
\bar{D}	0,011	0,021	0,064	0,131	0,236	0,657	>1,0
S_r	0,085	0,076	0,062	0,058	0,051	0,048	-
$\pm \varepsilon$	0,002	0,004	0,006	0,010	0,040	0,050	-

Примечание.

D - величина оптической плотности промеряемого стандарта.

\bar{D} - среднее значение оптической плотности промеряемого стандарта по 10 параллельным измерениям.

$\bar{D}_{\text{хол}}$ - среднее значение величины оптической плотности «холостой» пробы по 5 параллельным измерениям.

S_r - величина относительного стандартного отклонения результатов анализа по 10 параллельным измерениям.

$\pm \varepsilon$ - значения доверительного интервала измерений.

МИНОБРНАУКИ РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего образования
«Юго-Западный государственный университет»
(ЮЗГУ)

Кафедра охраны труда и окружающей среды

УТВЕРЖДАЮ
Проректор по учебной работе
«Юго-Западный государственный университет»
О.Г. Доктионова
«*О.Г. Доктионова*» 2017 г.



Определение содержания газообразных вредных веществ в воздушной среде

Методические указания к проведению лабораторных работ
для студентов всех специальностей и направлений

Курск 2017

УДК 66.074.2/3

Составители: Е.А. Преликова, В.В. Юшин, Г.П. Тимофеев

Рецензент

Кандидат технических наук, доцент *А.Н. Барков*

Определение содержания газообразных вредных веществ в воздушной среде: методические указания к проведению лабораторных работ / Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: Е.А. Преликова, В.В. Юшин, Г.П. Тимофеев. Курск, 2017. 15 с.: ил. 6, табл. 3. Библиогр.: с. 15.

Представлена характеристика существующих методов определения вредных веществ в воздушной среде, устройство и принцип работы ручного насоса-пробоотборника НП-3М.

Предназначены для студентов всех специальностей и направлений,

Текст печатается в авторской редакции

Подписано в печать 10.11.2017 г. Формат 60x84 1/16. Бумага офсетная.
Усл. печ. л. 0,87. Уч.-изд.л. 0,79. Тираж 30 экз. Заказ 1822. Бесплатно.
Юго-Западный государственный университет.
305040, г. Курск, ул. 50 лет Октября, 94.

Цель работы: 1. Ознакомиться с методами определения вредных веществ в воздушной среде.

2. Изучить устройство и принцип работы ручного насоса-пробоотборника НП-3М.

3. Научиться определять концентрации вредных веществ в воздушной среде с помощью ручного насоса-пробоотборника НП-3М.

ОСНОВНЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Вредное вещество – вещество, которое при контакте с организмом человека может вызвать профессиональные заболевания или отклонения в состоянии здоровья, обнаруживаемые современными методами, как в процессе воздействия вещества, так и в отдаленные сроки жизни настоящего и последующих поколений. Нормирование содержания вредных веществ в объектах окружающей среды осуществляется с помощью ПДК.

ПДК в воздухе рабочей зоны (ПДК_{р.з.}) - концентрация, которая при ежедневной (кроме выходных дней) работе в течение всего рабочего стажа не должны вызывать заболеваний или отклонений в состоянии здоровья, обнаруживаемых современными методами исследований в процессе работы или в отдаленные сроки жизни настоящего и последующих поколений.

Периодичность контроля качества воздушной среды зависит от класса опасности вредного вещества и составляет: 1 раз в 10 дней для веществ I класса (вещества чрезвычайно опасные); 1 раз в месяц для веществ II класса (вещества высоко опасные); 1 раз в квартал для веществ III (вещества умеренно опасные) и IV классов (вещества мало опасные).

В настоящее время разработано множество методов определения вредных веществ. Для обнаружения, идентификации и количественного определения вредных веществ применяются **химические** (весовой и титриметрический способы) и **физико-химические** методы (хроматографические, спектральные, электрохимические и др.). Наиболее широко используются физико-химические методы анализа.

Хроматографические методы анализа заключаются в том, что проба воздуха в виде газообразных или испаряющихся

компонентов вводится в поток газа – носителя и вместе с ним пропускается через колонки с адсорбентом (*адсорбционная газохроматография*) или с нанесенными на твердые поверхности нелетучими жидкостями (*газожидкостная хроматография*), причем отдельные компоненты смеси выходят из колонки отдельными фракциями и могут быть определены в виде отдельных веществ в смеси с газом – носителем. Способ отличается высокой избирательностью, высокой чувствительностью. Благодаря тому, что для анализа требуется небольшой объем газа, газовая хроматография имеет преимущество при исследовании малых объемов газов. К недостаткам способа следует отнести использование значительного числа приборов, необходимость использования специальных установок.

Сущность электрохимических методов заключается в измерении электропроводности анализируемых растворов: *кондуктометрический* способ основан на определении количества электричества, необходимого для осуществления электрохимического процесса выделения на электроде или образования в электролите соединения, по которому проводят анализ пробы. В основу *вольтамперометрии* положена зависимость между характером поляризации рабочего электрода и составом раствора, в котором он находится. Недостатками методов являются: сложность применяемого оборудования; необходимость использования источника электрической энергии.

Наиболее распространенными методами исследования качественного и количественного состава загрязнений воздуха являются спектральные методы анализа, среди которых широкое распространение получили абсорбционные оптические методы. Среди них выделяют: *атомно-абсорбционный анализ*, основанный на поглощении световой энергии атомами анализируемых веществ; анализ по поглощению и рассеянию световой энергии взвешенными частицами анализируемого вещества (*турбидиметрия, нефелометрия*); *люминесцентный анализ*, основанный на измерении излучения, возникающего в результате выделения избытка энергии возбужденными молекулами анализируемого вещества; *молекулярный абсорбционный анализ* осуществляется по поглощению света молекулами анализируемого

вещества и сложными ионами в ультрафиолетовой, видимой и инфракрасных областях спектра (спектрофотометрия, фотокolorиметрия), *фотокolorиметрический* (основан на измерении ослабления светового потока, прошедшего через окрашенный раствор в области длин волн 400 – 760 нм) и *спектрофотометрический* (в его основе лежит избирательное поглощение монохроматического потока световой энергии при прохождении его через исследуемый раствор) методы анализа.

Концентрацию вредных веществ в воздухе во многих случаях необходимо установить быстро, что позволяет осуществить использование *экспрессных методов*, в основе которых лежит цветная реакция, протекающая в различных средах – в растворах, на реактивной бумаге или на твердых сорбентах.

Преимуществами экспрессных методов являются: возможность определения малых концентраций вредных веществ в воздухе; простота использования; быстрое получение результатов непосредственно в месте отбора пробы; методы могут служить оперативным средством контроля атмосферы в процессе изучения характера и зоны распространения загрязнения.

Широко применяется в экспрессном анализе колориметрический метод определения с помощью индикаторных трубок: газ пропускается через слой индикаторного порошка который меняет свою окраску. При этом мерой концентрации может быть интенсивность окраски (*колориметрический способ*) или длина окрашенного слоя (*линейно-колористический способ*).

Особенность линейно-колористического метода состоит в том, что реакция между определяемым веществом и цветореагентом, нанесенным на зерна носителя, протекает в динамических условиях, поэтому реактивами могут быть соединения, дающие при взаимодействии с исследуемым веществом окрашенные продукты.

В качестве носителей реактивов используются различные материалы – фарфор, крупнопористый силикагель различных марок и др.

Особое внимание при разработке трубок уделяется их избирательности, т.е. определять анализируемое вещество в присутствии сопутствующих примесей. С этой целью используются фильтрующие трубки для улавливания мешающих веществ.

Для пропускания анализируемого воздуха через индикаторные трубки применяются различные воздухозаборные устройства: ручной насос-пробоотборник НП-3М, универсальный газоанализатор УГ-2.

УСТРОЙСТВО И ПРИНЦИП РАБОТЫ РУЧНОГО НАСОСА-ПРОБООТБОРНИКА НП-3М

Насос-пробоотборник ручной НП-3М представляет собой малорасходный поршневой (механический) аспиратор переносного типа с прямым измерением объёма газовой пробы (ГОСТ Р 51945-2002). Насос имеет номинальные значения отбираемого объёма 50 см³ и 100 см³ и снабжён защитным патроном от воздействия агрессивных сред.

Насос предназначен для отбора разовых проб газовоздушных смесей с целью последующего определения их химического состава с использованием индикаторных трубок. Насос может применяться в комплекте с насадкой для использования индикаторных элементов аспирационного типа.

Основу насоса (рис.1) составляет цилиндр (3), в котором размещается шток с поршнем (5). Роль обратного клапана на поршне выполняет сквозное отверстие, прикрытое лепестком. На один из концов цилиндра наворачивается крышка с фиксатором (4), удерживающая шток в требуемом положении. К другому концу цилиндра с помощью переходной втулки (2) крепится насадка (1). В переходной втулке помещён защитный патрон с сорбентом. На насадке с торца при помощи гайки зафиксирована уплотнительная втулка, предназначенная для установки средства контроля ГВС. На насадке сбоку находится отверстие для обламывания концов стеклянных трубок. Внутри насадки под смотровым окошком закреплена контрольная мембрана, прижатая возвратной пружиной к смотровому окошку. Смотровое окошко закреплено на насадке двумя винтами. Под уплотнительной втулкой закреплена сетка, защищающая детали и узлы насоса от абразивных частиц.

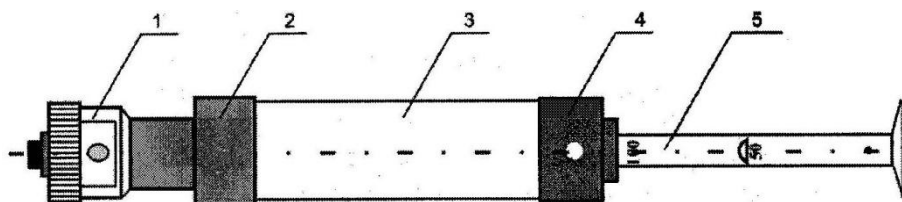


Рисунок 1 – Внешний вид насоса-пробоотборника ручного НП-3М:
1 – насадка, 2 – переходная втулка, 3 – цилиндр, 4 – крышка, 5 – шток.

Работа насоса основана на создании разрежения в цилиндре при перемещении штока и заполнении цилиндра газовой воздушной смесью, поступающей через используемое средство контроля ГВС, установленное в уплотнительную втулку на насадке. Насос приводят в рабочее состояние вытягиванием штока из исходного положения (шток введён в цилиндр до упора, метки на крышке и штоке совмещены). При этом шток фиксируется на позициях «50» и «100», что соответствует просасыванию 50 и 100 см³ ГВС. При создании разрежения в цилиндре срабатывает сигнальное устройство – контрольная мембрана прогибается и в смотровом окошке пропадает изображение чёрной точки. При уравнивании давления внутри цилиндра с атмосферным давлением, в смотровом окошке появляется изображение чёрной точки, что позволяет фиксировать окончание просасывания ГВС через средство контроля. Перед введением штока в цилиндр, его поворачивают вокруг оси на 90 °С. При этом воздух из цилиндра выходит через обратный клапан. Агрессивные вещества, которые могут попасть в насос из воздуха через средство контроля ГВС, адсорбируются наполнителем защитного патрона и в цилиндр не попадают.

Технические характеристики насоса-пробоотборника ручного НП-3М

1. НП-3М соответствует комплекту документации КРМФ.418311.002.
2. Объёмы отбираемых проб 50 и 100 см³.
3. Пределы допускаемой относительной погрешности измерения не превышают ± 5%.
4. Момент окончания прососа пробы отмечается сигнальным устройством.

5. Допускаемое натекание после создания разрежения при фиксации штока на позиции «100» через 2 мин. не превышает 10 кПа.

6. Шток передвигается в цилиндре без особых усилий и фиксируется на позициях «50» и «100» (указаны значения объёмов отбираемых проб в см³).

7. Насос в транспортной упаковке прочен к воздействию одиночных механических ударов, действующих вдоль трёх взаимно перпендикулярны осей упаковки с параметрами: длительность ударного импульса – 16 мс; пиковое ударное ускорение – 98 м/с²; общее число ударов – 3000.

8. Насос устойчив к одиночным ударам с параметрами: длительность ударного импульса – 2 мс; пиковое ускорение – 50 м/с².

9. Насос в транспортной упаковке выдерживает воздействие климатических факторов, виды и воздействие которых: температура от -50 до 50 °С; повышенная относительная влажность 95% при 35 °С.

10. Надёжность насоса в условиях эксплуатации характеризуется следующими значениями показателей надёжности:

- средняя наработка на отказ – не менее 6000 часов;
- полный средний срок службы – не мене 6 лет.

Предельным состоянием насоса, при котором его нельзя использовать, считают неустранимую герметичность насоса.

11. Габаритные размеры насоса: длина – 285 мм, диаметр – 42 мм.

12. Масса насоса – не более 0,5 кг.

13. Межповерочный интервал – 1 год.

Использование изделия

1. Вскройте индикаторную трубку с помощью специального отверстия на насадке насоса (рис.2).

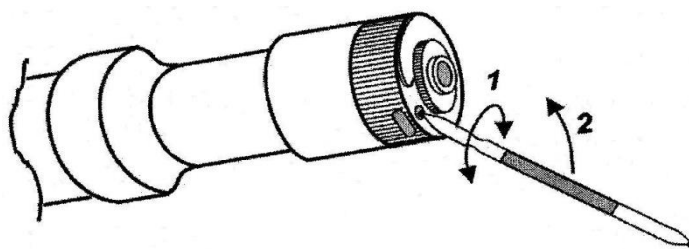


Рисунок 2 – Схема вскрывания трубок при помощи отверстия на насадке насоса

2. Установите вскрытую индикаторную трубку в уплотнительную втулку насоса соответствующим концом (рис.3).

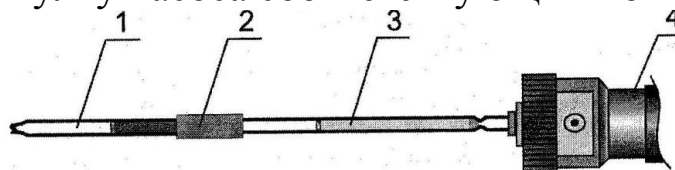


Рисунок 3 – Схема соединения трубок с насосом-пробоотборником НП-3М:

1 – фильтрующая трубка (при определении концентрации ацетона); 2 – отрезок шланга; 3 – индикаторная трубка; 4 – насадка насоса.

✓ При работе насос следует держать в руках сигнальным устройством к себе.

3. Приведите насос в исходное положение. Для этого введите шток в цилиндр до упора (при этом разнести метки на крышке и штоке на угол 90^0). Совместите метки на крышке и штоке (рис.4).

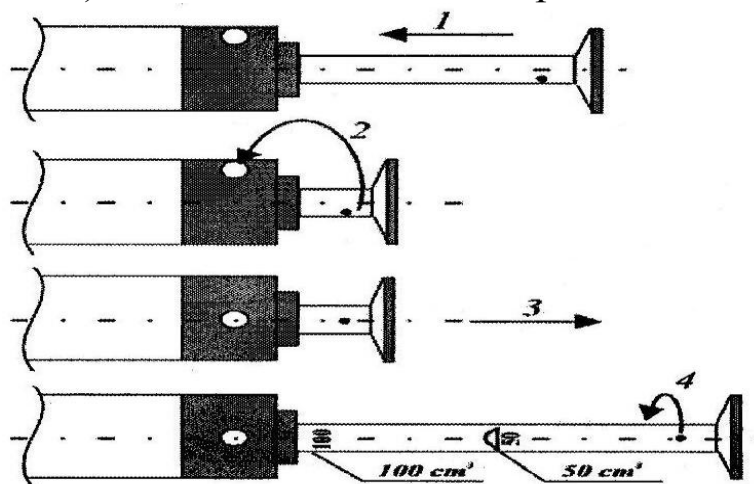


Рисунок 4 – Последовательность операций при просасывании газовой смеси насосом-пробоотборником НП-3М:

- 1 – введите шток в цилиндр до упора;
- 2 – совместите метки на крышке и штоке;
- 3 – вытяните шток до фиксации на позиции «100» и «50»;
- 4 – разверните метки на крышке и штоке на 90^0

4. для просасывания 100 см^3 и 50 см^3 пробы через индикаторную трубку вытяните шток до фиксации на позиции «100» или «50» соответственно.

5. Дождитесь окончания просасывания пробы (контролируйте при помощи сигнального устройства до появления чёрной точки в смотровом окошке, ориентировочно – не более 1 мин.).

6. По окончании просасывания необходимого объёма пробы извлеките индикаторную трубку из уплотнительной втулки насоса. Рекомендуется сделать 2-3 «холостых» просасывания воздуха для удаления возможной агрессивной среды из внутреннего воздушного пространства насоса.

Подготовка к работе индикаторных средств.

Перед изготовлением стеклянные индикаторные трубки тщательно промывают водой и сушат при температуре $120 - 130^\circ\text{C}$. Высушенные трубки хранят в эксикаторе.

В один конец стеклянной индикаторной трубки 1 (рис. 5) вставляют стержень, в противоположный конец трубки вкладывают тампон из ваты, которую уплотняют с помощью стержня до 2 – 3 мм. Через воронку 3 в индикаторную трубку насыпают до края индикаторный порошок из ампулы, вскрытой перед употреблением. Ампулу с оставшимся индикаторным порошком запаивается.

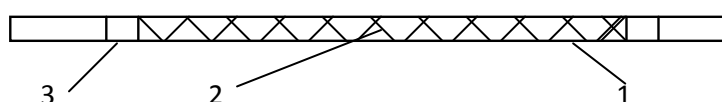


Рисунок 5 - Конструкция индикаторной трубки:

1 – корпус трубки; 2 – слой индикаторного порошка; 3 – слой уплотнителя

Постукивая по стенке трубки, удерживаемой вертикально стержнем, уплотняют столбик индикаторного порошка и вкладывают второй тампон толщиной 2-3 мм. Длина уплотненного столбика индикаторного порошка контролируется длиной стержня от конца до нанесенной на нем отметки.

Изготовленные индикаторные трубки герметизируют колпачками из смеси парафина с полиэтиленом, опуская

поочередно концы трубок в расплавленную смесь на 3-7 мм. Во избежание длительного соприкосновения индикаторного порошка с воздухом трубки готовят партиями не более 10 штук. После проведения измерений индикаторный порошок высыпают. Трубки моют и сушат для повторного использования.

Окраска, получаемая на наполнителе индикаторной трубки в результате взаимодействия исследуемого вещества с цветореагентом, а также мешающие определению вещества указаны в таблице 1.

В зависимости от пределов измерений на конкретное определяемое вещество имеется одна или две шкалы. В основу построения измерительных шкал положены градуировочные кривые, выражающие зависимость длины окрашенного слоя порошка в индикаторной трубке от концентрации анализируемого вещества.

Увеличение точности может быть достигнуто за счет использования готовых запаянных индикаторных трубок. При этом значительно упрощается процесс подготовки к проведению анализа. В некоторых случаях, измерительная шкала может быть нанесена непосредственно на трубку.

Описание лабораторной установки

Лабораторная установка (рис. 6) представляет собой герметичную камеру 1, моделирующую производственное помещение, в которую через отверстие 2 подается определяемое вещество, создавая тем самым в камере некоторую концентрацию загрязнителя. На крышке воздушной камеры установлены воздухозаборное устройство 3, к которому присоединена набитая вручную индикаторная трубка 4 с установленной измерительной шкалой 5.

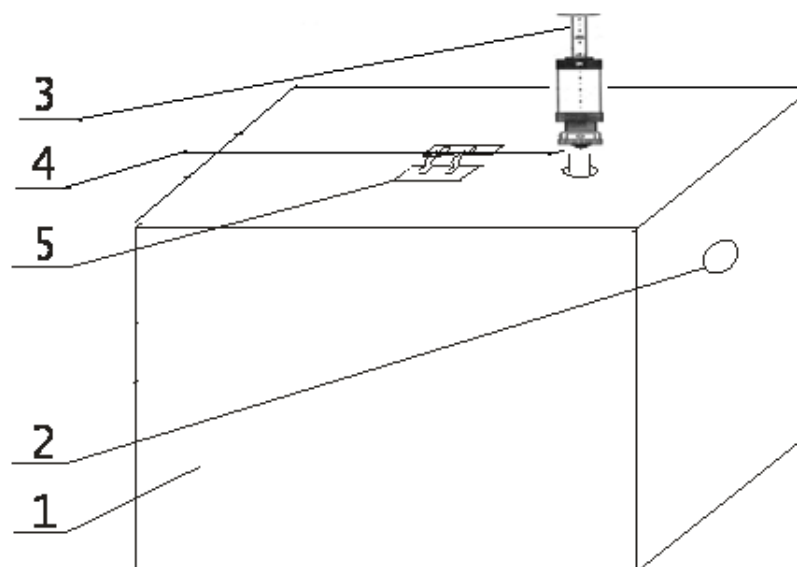


Рисунок 6 - Схема лабораторной установки:

1 – камера; 2 – отверстие для ввода определяемого газа; 3 - воздухозаборное устройство; 4 – индикаторная трубка; 5 - измерительная шкала.

Таблица 1

Характеристика окраски индикаторных порошков

Определяемое вещество	Окраска индикаторного порошка в результате воздействия определяемого вещества	Газ, улавливаемый фильтрующим патроном	Вещества, мешающие определению
Азота оксиды	Красная	-	Галогены, озон свыше 10 ПДК
Бензин	Светло-коричневая	Непредельные углеводороды и пары воды	-
Аммиак	Синяя	-	Пары кислот, щелочей и аминов
Серы диоксид	Белая	Сероводород, аммиак, диоксида азот, пары воды	-
Сероводород	Коричневая	-	Меркаптаны
Толуол	Темно-коричневая	Пары воды	Пары углеводородов
Углерода окись	Коричневое (кольцо)	Ацетилен, этилен, оксиды азота, хлор, диоксид серы, водород	Пары карбониллов металлов

Порядок выполнения работы

1. Подготовить к работе индикаторную трубку.
2. Проверить герметичность воздухозаборного устройства
3. На крышке камеры закрепить измерительную шкалу для определяемого вещества.
4. Осуществить подачу в воздушную камеру загрязняющие вещества. Если, определяется содержание окислов азота или диоксида серы, вставить выходную трубку прибора для получения газа в боковое отверстие и смешать соответствующие компоненты для получения определяемого газа (для получения окислов азота проводят реакцию меди и азотной кислоты). Если определяется содержание окиси углерода, вставить в боковое отверстие тлеющую сигарету на 30 с.
5. Соединить индикаторную трубку набитую вручную с воздухозаборным устройством так, чтобы нижняя граница индикаторного порошка в трубке располагалась над нулевой отметкой измерительной шкалы. Другой конец трубки соединить с фильтрующим патроном, который поместить в воздушную камеру.
6. По значению, указанному на измерительной шкале, совпадающей с верхней границей окрашенного столбика порошка, определить концентрацию определяемого газа C_0 в мг/м³ (в случае использования индикаторной трубки).
7. Снять показания термометра и барометра и занести их в таблицу полученных результатов (табл.2).
10. Поскольку в реальных условиях ведения того или иного производственного процесса могут иметь место значительные колебания внешних условий, то в таких случаях для отслеживания изменений концентраций в течение рабочего времени необходимо привести полученное значение концентрации к нормальным условиям.

$$C = C_0 \cdot \frac{273 + t}{273} \cdot \frac{101,3}{p},$$

где t – температура воздуха в камере, °С; p – атмосферное давление в камере, кПа, (при нормальных условиях 101,3 кПа).

Таблица 2

Таблица результатов

Определяемое вещество	Условия проведения эксперимента		Концентрация определяемого вещества, мг/м ³	Концентрация определяемого вещества, приведенная к нормальным условиям, мг/м ³
	Температура, °С	Давление, кПа	C_0	C

11. Сравнить концентрацию газа C с ПДК (табл. 3). Сделать вывод.

Таблица 3

Предельно-допустимые концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны

№ п/п	Наименование вещества	Формула	Величина ПДК (мг/м ³)	Агрегатное состояние в воздухе	Класс опасности	Особенности действия на организм
1	Азота оксиды (в пересчете на NO ₂)		5	п	3	О
2	Углерод оксид	CO	20	п	4	О
3	Сера диоксид ⁺	SO ₂	10	п	3	

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Понятие ПДК.
2. Методы определения вредных веществ в воздухе.
3. Сущность колориметрического метода определения вредных веществ в воздухе.
4. Особенности линейно-колористического метода.
5. Назначение фильтра, устанавливаемого перед индикаторными трубками.
6. Приведение газа к нормальным условиям.
7. Устройство и принцип работы ручного насоса-пробоотборника НП-3М.

Список рекомендуемой литературы

1. Чекалов, Л.В. Экотехника. Защита атмосферного воздуха от выбросов пыли, аэрозолей и туманов [Текст]: учебное пособие / Л.В. Чекалов. – Ярославль: Русь, 2004. – 424 с.
2. Руководство по эксплуатации КРМФ.418311.002 РЭ Насос-пробоотборник ручной НП-3М.
3. Никитин, О.В. Контроль источников загрязнения атмосферного воздуха [Текст] / О.В. Никитин – Казань: Казан.ун-т, 2014. – 32 с.
4. Кривошеин, Д.А. Системы защиты среды обитания [Текст]: учебное пособие / В.П. Дмитренко, Н.В Федотова. – М.: Академия, 2014. В 2 т. Т. 1. – 352 с.
5. Ветошкин, А.Г. Основы инженерной защиты окружающей среды [Электронный ресурс]: учебное пособие / А.Г. Ветошкин. – 2-е изд. испр. и доп. - Москва; Вологда: Инфра-Инженерия, 2016. – 456 с.
6. Техника и технология защиты воздушной среды [Текст]: учебное пособие / В. В. Юшин [и др.]. – 2-е изд., доп. – М.: Высшая школа, 2008. – 399 с.