

Технические условия на метод определения кадмия в воздухе

№ 893-71

• Действующий акт

(утв. Минздравом СССР 14.07.1971 № 893-71)

Утверждаю
Заместитель Главного
санитарного врача СССР
Д. Н. Лоранский

14 июля 1971 г. № 893-71

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ НА МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАДМИЯ В ВОЗДУХЕ

Технические условия составлены Методической секцией по промышленно-санитарной химии проблемной комиссии «Научные основы гигиены труда и профессиональной патологии».

Настоящие Технические условия распространяются на метод определения кадмия в воздухе промышленных помещений при санитарном контроле.

I. Общая часть

1. Метод основан на колориметрическом определении окрашенного продукта реакции иона кадмия с бромбензтиазо.
2. Чувствительность метода — 1 мкг в анализируемом объеме раствора.
3. Железо, цинк, серебро до 30 мкг в анализируемом объеме раствора определению не мешают. Влияние меди и никеля устраняют добавлением раствора сульфоназо.
4. Предельно допустимая концентрация окиси кадмия в воздухе — 0,1 мг/куб. м.

II. Реактивы и аппаратура

5. Применяемые реактивы и растворы.

Стандартный раствор № 1, содержащий 100 мкг/мл кадмия. Растворяют 0,0240 г нитрата кадмия $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ в 100 мл 0,5-процентной соляной

кислоты. Сохраняется 6 месяцев.

Стандартный раствор № 2, содержащий 10 мкг/мл кадмия, готовят разбавлением в 10 раз стандартного раствора № 1.

Соляная кислота, ГОСТ 3118-67, 0,5-процентный раствор.

Сегнетова соль, ГОСТ 5845-51, 40-процентный раствор.

Натрия тиосульфат, ГОСТ 4215-66, 20-процентный раствор.

Сульфоназо, 0,5-процентный раствор.

о-Ксилол, ГОСТ 2940-51.

Бромбензтиазо [6-бромбензтиазол(2-азо-1)-2-нафтол], 0,04-процентный раствор в ксилоле. Сохраняется 2 месяца.

Натр едкий, ГОСТ 4328-66, 10-процентный раствор.

Кадмий нитрат, ГОСТ 6262-52.

6. Применяемые посуда и приборы.

Электроаспиратор.

Патрон для фильтра (рис. 1 — не приводится).

Стаканы химические.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-59, на 100 мл.

Пробирки колориметрические с пришлифованными пробками высотой 120 мм и внутренним диаметром 15 мм.

Пипетки, ГОСТ 1770-59, градуированные на 1, 2, 5, 10 мл.

Воронки делительные емкостью 10 мл.

Фильтры АФА-Х-18 или АФА-ХМ-18.

Фотометр или фотоэлектроколориметр.

III. Отбор пробы воздуха

7. Воздух со скоростью 20 л/мин. протягивают через фильтр АФА-ХА, укрепленный в патроне. Для анализа следует отобрать 50 л воздуха.

IV. Описание определения

8. Фильтр переносят в стакан и дважды промывают по 5 мл горячей 0,5-процентной соляной кислотой. После каждого промывания жидкость сливают, фильтр отжимают стеклянной палочкой. Промывные жидкости сливают вместе и измеряют объем. Для анализа в колориметрические пробирки отбирают 1 и 4 мл пробы. 1 мл пробы доводят до 4 мл 0,5-процентной соляной кислотой. Одновременно готовят шкалу стандартов согласно табл. 1.

Таблица 1

ШКАЛА СТАНДАРТОВ

№ стандарта	1	2	3	4	5	6	7
Стандартный раствор № 2, мл 0,5-процентная соляная кислота, мл	0	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0
Содержание кадмия, мкг	4,0	3,9	3,8	3,6	3,4	3,2	3,0

Во все пробирки шкалы и проб прибавляют по 0,3 мл 40-процентного раствора сегнетовой соли, 4 мл ксилола, 0,2 мл раствора бромбензтиазо и 1,5 мл 10-процентного раствора едкого натра. После прибавления каждого реактива содержимое пробирок взбалтывают. Стандартная шкала сохраняется 2 — 3 ч.

В присутствии серебра к растворам после сегнетовой соли добавляют 0,2 мл 10-процентного раствора едкого натра и 0,5 мл 20-процентного раствора тиосульфата натрия. Для устранения влияния меди и никеля к растворам (до введения ксилола) прибавляют 0,1 мл 0,5-процентного раствора сульфоназо.

Продукт реакции кадмия с бромбензтиазо экстрагируют ксилолом, встряхивая содержимое пробирок в течение 1 — 2 мин. После расслаивания жидкостей сравнивают окраску верхнего ксилолового слоя пробы со стандартной шкалой или измеряют оптическую плотность отделенного в делительной воронке верхнего слоя в кювете 10 мм при 600 нм. Содержание кадмия вычисляют по калибровочному графику.

Количество кадмия в мг на 1 куб. м воздуха (X) вычисляют по формуле:

$$G \times V \\ 1$$

$$X = \frac{G \times V}{V \times V_0}$$

где:

G — количество кадмия, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;

V – объем пробы, взятый для анализа, мл;

V – общий объем пробы, мл; 1

V – объем воздуха, л, взятый для анализа и приведенный к нормальным 0 условиям по формуле (см. Приложение 1).

Приложение 1

Приведение объема воздуха к нормальным условиям производят согласно законам Бойля – Мариотта и Гей-Люссака по формуле:

$$V_0 = \frac{V \times 273 \times P}{t \times (273 + t) \times 760},$$

где:

V – объем воздуха, отобранный для анализа; t

P – барометрическое давление, мм рт. ст.;

t – температура воздуха в месте отбора пробы, °C.

Для удобства расчета следует пользоваться таблицей коэффициентов

(Приложение 2). Для приведения объема воздуха к нормальным условиям необходимо умножить V на соответствующий коэффициент.

t

Приложение 2

ТАБЛИЦА КОЭФФИЦИЕНТОВ ДЛЯ РАЗЛИЧНЫХ ТЕМПЕРАТУР И ДАВЛЕНИЯ, НА КОТОРЫЕ НАДО УМНОЖИТЬ V, ДЛЯ ПРИВЕДЕНИЯ t ОБЪЕМА ВОЗДУХА К НОРМАЛЬНЫМ УСЛОВИЯМ

t газа, °C	Давление (P), мм рт. ст.											
°C	730	732	734	736	738	740	742	744	746	748	750	
5	0,9432	0,9458	0,9484	0,9510	0,9536	0,9561	0,9587	0,9613	0,9638	0,9665	0,9691	(
6	0,9398	0,9424	0,9450	0,9476	0,9501	0,9527	0,9553	0,9579	0,9604	0,9630	0,9656	(
7	0,9365	0,9390	0,9416	0,9442	0,9467	0,9493	0,9518	0,9541	0,9570	0,9596	0,9621	(
8	0,9331	0,9357	0,9383	0,9408	0,9434	0,9459	0,9485	0,9510	0,9536	0,9561	0,9587	(
9	0,9298	0,9324	0,9349	0,9375	0,9400	0,9426	0,9451	0,9477	0,9502	0,9528	0,9553	(
10	0,9265	0,9291	0,9316	0,9341	0,9367	0,9392	0,9418	0,9443	0,9468	0,9494	0,9519	(
11	0,9233	0,9258	0,9283	0,9308	0,9334	0,9359	0,9384	0,9410	0,9435	0,9460	0,9486	(
12	0,9200	0,9225	0,9251	0,9276	0,9301	0,9326	0,9351	0,9376	0,9402	0,9427	0,9452	(
13	0,9168	0,9193	0,9218	0,9243	0,9269	0,9294	0,9319	0,9344	0,9369	0,9394	0,9419	(
14	0,9136	0,9161	0,9186	0,9211	0,9236	0,9261	0,9286	0,9311	0,9336	0,9363	0,9386	(
15	0,9104	0,9129	0,9154	0,9179	0,9204	0,9229	0,9254	0,9279	0,9304	0,9329	0,9354	(
16	0,9073	0,9097	0,9122	0,9147	0,9172	0,9197	0,9222	0,9247	0,9271	0,9296	0,9321	(
17	0,9041	0,9066	0,9092	0,9116	0,9140	0,9165	0,9090	0,9215	0,9239	0,9264	0,9289	(
18	0,9010	0,9035	0,9059	0,9084	0,9109	0,9134	0,9158	0,9183	0,9207	0,9232	0,9257	(
19	0,8979	0,9004	0,9028	0,9053	0,9078	0,9102	0,9127	0,9151	0,9176	0,9200	0,9225	(
20	0,8948	0,8973	0,8997	0,9022	0,9046	0,9071	0,9096	0,9120	0,9145	0,9169	0,9194	(

21	0,8918	0,8942	0,8967	0,8991	0,9016	0,9040	0,9065	0,9089	0,9113	0,9138	0,9162	(
22	0,8888	0,8912	0,8936	0,8961	0,8985	0,9010	0,9034	0,9058	0,9083	0,9107	0,9131	(
23	0,8858	0,8882	0,8906	0,8930	0,8955	0,8979	0,9003	0,9028	0,9052	0,9076	0,9100	(
24	0,8828	0,8852	0,8876	0,8900	0,8924	0,8949	0,8973	0,8997	0,9021	0,9045	0,9070	(
25	0,8798	0,8822	0,8846	0,8870	0,8894	0,8919	0,8943	0,8967	0,8991	0,9015	0,9039	(
26	0,8769	0,8793	0,8817	0,8841	0,8865	0,8889	0,8913	0,8937	0,8961	0,8985	0,9009	(
27	0,8739	0,8763	0,8787	0,8811	0,8835	0,8859	0,8883	0,8907	0,8931	0,8955	0,8979	(
28	0,8710	0,8734	0,8758	0,8782	0,8806	0,8830	0,8853	0,8877	0,8901	0,8925	0,8949	(
29	0,8681	0,8705	0,8729	0,8753	0,8776	0,8800	0,8824	0,8848	0,8872	0,8895	0,8919	(
30	0,8653	0,8676	0,8700	0,8724	0,8748	0,8771	0,8795	0,8819	0,8842	0,8866	0,8890	(
31	0,8624	0,8648	0,8672	0,8695	0,8719	0,8742	0,8766	0,8790	0,8813	0,8837	0,8861	(
32	0,8596	0,8619	0,8643	0,8667	0,8691	0,8714	0,8736	0,8761	0,8784	0,8808	0,8831	(
33	0,8568	0,8591	0,8615	0,8638	0,8662	0,8685	0,8709	0,8732	0,8756	0,8779	0,8803	(
34	0,8540	0,8563	0,8587	0,8610	0,8634	0,8658	0,8680	0,8704	0,8727	0,8750	0,8774	(
35	0,8512	0,8535	0,8559	0,8582	0,8605	0,8629	0,8652	0,8675	0,8699	0,8722	0,8745	(
36	0,8484	0,8508	0,8531	0,8554	0,8577	0,8601	0,8624	0,8647	0,8670	0,8694	0,8717	(
37	0,8457	0,8480	0,8503	0,8526	0,8549	0,8573	0,8596	0,8619	0,8642	0,8665	0,8689	(
38	0,8430	0,8453	0,8476	0,8499	0,8522	0,8545	0,8568	0,8591	0,8615	0,8638	0,8661	(
39	0,8403	0,8426	0,8449	0,8472	0,8495	0,8518	0,8541	0,8564	0,8587	0,8610	0,8633	(
40	0,8376	0,8399	0,8422	0,8444	0,8467	0,8490	0,8513	0,8536	0,8559	0,8582	0,8605	(

Продолжение

t газа,	Давление (P), мм рт. ст.											
°C	756	758	760	762	764	766	768	770	772	774	776	778
5	0,9768	0,9794	0,9820	0,9846	0,9871	0,9897	0,9923	0,9949	0,9975	1,0001	1,0026	1,0051
6	0,9733	0,9759	0,9785	0,9810	0,9836	0,9862	0,9888	0,9913	0,9939	0,9965	0,9990	1,0015
7	0,9698	0,9724	0,9750	0,9775	0,9801	0,9827	0,9852	0,9878	0,9904	0,9929	0,9955	(
8	0,9664	0,9689	0,9715	0,9741	0,9766	0,9792	0,9817	0,9843	0,9868	0,9894	0,9919	(
9	0,9629	0,9655	0,9680	0,9706	0,9731	0,9757	0,9782	0,9807	0,9833	0,9859	0,9884	(
10	0,9595	0,9621	0,9646	0,9671	0,9697	0,9722	0,9747	0,9773	0,9798	0,9824	0,9849	(
11	0,9562	0,9587	0,9612	0,9637	0,9663	0,9688	0,9713	0,9739	0,9764	0,9789	0,9814	(
12	0,9528	0,9553	0,9578	0,9603	0,9629	0,9654	0,9679	0,9704	0,9730	0,9754	0,9780	(
13	0,9495	0,9520	0,9645	0,9570	0,9595	0,9620	0,9645	0,9670	0,9695	0,9720	0,9745	(
14	0,9461	0,9486	0,9511	0,9536	0,9561	0,9586	0,9612	0,9637	0,9661	0,9686	0,9711	(
15	0,9428	0,9453	0,9478	0,9503	0,9528	0,9553	0,9578	0,9603	0,9628	0,9653	0,9678	(
16	0,9396	0,9420	0,9445	0,9470	0,9495	0,9520	0,9545	0,9570	0,9595	0,9619	0,9644	(
17	0,9363	0,9388	0,9413	0,9438	0,9462	0,9487	0,9512	0,9537	0,9561	0,9586	0,9611	(
18	0,9331	0,9356	0,9380	0,9405	0,9430	0,9454	0,9479	0,9504	0,9528	0,9553	0,9578	(

19	0,9299	0,9324	0,9348	0,9373	0,9397	0,9422	0,9447	0,9471	0,9496	0,9520	0,9545	(
20	0,9267	0,9292	0,9316	0,9341	0,9365	0,9390	0,9414	0,9439	0,9463	0,9488	0,9512	(
21	0,9236	0,9260	0,9285	0,9309	0,9333	0,9359	0,9382	0,9407	0,9431	0,9455	0,9480	(
22	0,9204	0,9229	0,9253	0,9277	0,9302	0,9326	0,9350	0,9375	0,9399	0,9423	0,9448	(
23	0,9173	0,9197	0,9222	0,9246	0,9270	0,9294	0,9319	0,9343	0,9367	0,9391	0,9416	(
24	0,9142	0,9165	0,9191	0,9215	0,9239	0,9263	0,9287	0,9311	0,9336	0,9360	0,9384	(
25	0,9112	0,9135	0,9160	0,9184	0,9208	0,9232	0,9256	0,9280	0,9304	0,9328	0,9352	(
26	0,9081	0,9105	0,9120	0,9153	0,9177	0,9201	0,9225	0,9249	0,9273	0,9297	0,9321	(
27	0,9051	0,9074	0,9099	0,9122	0,9146	0,9170	0,9194	0,9218	0,9242	0,9266	0,9290	(
28	0,9021	0,9044	0,9068	0,9092	0,9116	0,9140	0,9164	0,9187	0,9211	0,9235	0,9259	(
29	0,8990	0,9014	0,9038	0,9062	0,9086	0,9109	0,9133	0,9157	0,9181	0,9205	0,9228	(
30	0,8961	0,8985	0,9008	0,9032	0,9056	0,9079	0,9109	0,9127	0,9151	0,9174	0,9198	(
31	0,8931	0,8955	0,8979	0,9002	0,9026	0,9050	0,9073	0,9097	0,9121	0,9144	0,9168	(
32	0,8902	0,8926	0,8949	0,8973	0,8996	0,9020	0,9043	0,9067	0,9091	0,9114	0,9138	(
33	0,8873	0,8897	0,8920	0,8943	0,8967	0,8990	0,9014	0,9037	0,9061	0,9084	0,9108	(
34	0,8844	0,8867	0,8891	0,8914	0,8938	0,8961	0,8984	0,9008	0,9031	0,9055	0,9078	(
35	0,8815	0,8839	0,8862	0,8885	0,8908	0,8932	0,8955	0,8978	0,9002	0,9025	0,9048	(
36	0,8787	0,8810	0,8833	0,8856	0,8880	0,8903	0,8926	0,8949	0,8972	0,8996	0,9019	(
37	0,8758	0,8781	0,8804	0,8828	0,8851	0,8874	0,8897	0,8920	0,8943	0,8967	0,8990	(
38	0,8730	0,8753	0,8776	0,8799	0,8822	0,8845	0,8869	0,8892	0,8915	0,8938	0,8961	(
39	0,8702	0,8725	0,8748	0,8771	0,8794	0,8817	0,8840	0,8863	0,8886	0,8909	0,8932	(
40	0,8674	0,8697	0,8720	0,8743	0,8766	0,8789	0,8812	0,8835	0,8857	0,8881	0,8903	(