

Т.С. Зазуляк, к.б.н., Б.П. Кузьмінов, д.м.н., І.О. Нектегаєв

ФОТОМЕТРИЧНА МЕТОДИКА ВИМІРЮВАННЯ КОНЦЕНТРАЦІЇ ВІСМУТУ ЦИТРАТУ У ПОВІТРІ РОБОЧОЇ ЗОНИ

Національний медичний університет ім. Данила Галицького, м. Львів

Вісмуту цитрат є основним вихідним продуктом для виробництва ефективних протиприжових препаратів — "Гастро-Норм" та "Віс-Нол", випуск яких налагоджено вітчизняними підприємствами (відповідно, АТ "Галичфарм" та ВАТ "Фармак").

За параметрами гострої токсичності вісмуту цитрат відноситься до речовин IV класу небезпеки. В клінічній картині гострого отруєння білих шкурів переважають симптоми ураження центральної нервової системи. Інгаляційне надходження речовини призводить до зниження рівня гемоглобіну та еритроцитів у цільній крові, підвищення рівня креатиніну у сироватці крові, а також до збільшення горизонтальної активності у поведінкових тестах. При дії вісмуту цитрату на слизову оболонку очей спостерігається різко виражена пошкоджувальна дія [1]. Розрахункова гранично допустима концентрація (ГДК) вісмуту цитрату у повітрі робочої зони 1 мг/м³.

Для розробки гігієнічного нормативу необхідно володіти методикою кількісного визначення вмісту вісмуту цитрату у повітрі робочої зони.

Мета роботи: розробка методики виконання вимірювань концентрації вісмуту цитрату у повітрі робочої зони, яка відповідає метрологічним характеристикам згідно ГОСТ 8.10-99, ГОСТ 12.1.016-79, ГОСТ 12.1.005-88 та забезпечує нижню межу визначення речовини на рівні, що не вищий половини гранично допустимої концентрації [2-5].

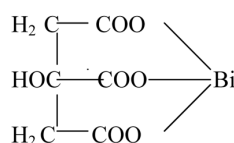
Об'єкти та методи досліджень

Об'єкт дослідження — вісмуту цитрат, виробництва фірми "Omicron" (Іспанія). Проведено розгляд за літературними даними фізико-хімічних властивостей речо-

вини, експериментальний підбір методу визначення та умов проведення досліджень.

Результати та їх обговорення

Вісмуту цитрат — це аморфний порошок білого кольору. Сполука слабозчинна у спиртах, гарячій та холодній воді; розчинна у концентрований і розведений азотній кислоті та в концентрованому розчині аміаку [6-8]. Молекулярна маса 398,07. Структурна формула:



Визначення вісмуту цитрату у повітрі робочої зони виконували фотометричним методом, який ба-

зується на вимірюванні світлопоглинання забарвлених розчинів, які утворюються у результаті реакції вісмуту цитрату з тіосечовиною в кислому середовищі [9-11].

Методика забезпечує виконання вимірювань концентрації вісмуту цитрату у діапазоні від 0,5 мг/м³ до 2,5 мг/м³. Нижня межа визначення в об'ємі проби, який аналізується, — 20 мкг. Нижня межа визначення масової концентрації вісмуту цитрату у повітрі (при відборі 80 дм³ повітря) — 0,5 мг/м³.

Відбір проб повітря здійснювали з концентруванням речовини на фільтр АФА-ВП-20. Вимірювання проводили на фотоелектроколориметрі КФК-3. Умови фотометрування: довжина хвилі 470 нм, робоча довжина кювети — 20 мм.

Обчислення масової концентрації вісмуту цитрату здійснювали за градуовальною залежністю величини оптичної густини від маси речовини у градуовальних розчинах. Для встановлення градуовальної характеристики залежності оптичної густини розчину від маси речовини у розчинах у градуованих пробірках місткістю 20 см³ готували ряд градуовальних розчинів згідно табл. 1.

До приготовлених розчинів додавали по 2 см³ водного розчину азотної кислоти (розведеної 1:1 за об'ємом) та після перемішування — по 3 см³ 10 % водного розчину тіосечовини, знову перемішували і вимірювали оптичну густину у порівнянні з градуовальним

Таблиця 1

Шкала градуовальних розчинів

№ градуовального розчину	Робочий градуовальний розчин (20 мкг/см ³), см ³	Дистильована вода, см ³	Вміст вісмуту цитрату, мкг
1	0	10,0	0
2	1,0	9,0	20
3	1,5	8,5	30
4	2,0	8,0	40
5	2,5	7,5	50
6	3,0	7,0	60
7	3,5	6,5	70
8	4,0	6,0	80
9	4,5	5,5	90
10	5,0	5,0	100

розчином № 1 за вищенаведених умов. Градувальні розчини забарвлені в жовтий колір. Колір стабільний протягом 3 годин.

Градувальний графік будували у координатах залежності оптичної густини розчину від вмісту речовини у мкг. Отримані результати обробляли за методом найменших квадратів, визначаючи коефіцієнти лінійної калібровочної функції a та b за ДСТУ ISO 8466-1-2001 [12].

Градувальну залежність записували рівнянням:

$$D = a + bm_{\text{сп}}, \quad (1)$$

де: D — оптична густина розчину, що фотометрується; $m_{\text{сп}}$ — вміст вісмуту цитрату у відповідному градувальному розчині, мкг; a — масштабний коефіцієнт, рівний довжині відрізка, який відсікає градувальна пряма на осі ординат; b — коефіцієнт регресії, який визначає ухил градувальної функції.

Відбір проб повітря для визначення концентрації вісмуту цитрату здійснювали шляхом протягування повітря через фільтр АФА-ВП-20 за допомогою аспіраційного пристрою з об'ємною витратою 5 дм³/хв протягом 16 хвилин. Проводився відбір 2-х паралельних проб повітря.

Фільтр з відібраною пробкою за допомогою пінцета поміщали у стакан місткістю 50 см³, доливали 5 см³ водного розчину азотної кислоти (розведеної 1:1 за об'ємом) і залишали на 5-6 хв для розчинення проби. Далі розчин переносили у мірну колбу місткістю 25 см³, промиваючи

тричі фільтр із залишками проби дистильованою водою порціями по 5 см³ та об'єднуючи з попереднім розчином. Отриманий розчин доводили дистильованою водою до мітки. В градуйовану пробірку місткістю 20 см³ наливали з колби 12 см³ отриманого розчину, додавали 3 см³ 10 % водного розчину тіосечовини та перемішували. Розчин порівняння готували, обробляючи одночасно та аналогічно з пробкою чистий фільтр. Фотометричне вимірювання проводили за вищенаведених умов.

Концентрацію вісмуту цитрату (ρ_n) мг/м³ обчислювали за формулами:

$$\rho_n = \frac{A \cdot V_1}{V_{20} \cdot V_2} \quad (2),$$

або

$$\rho_n = \frac{(D-a) \cdot V_1}{b \cdot V_{20} \cdot V_2}, \quad (3)$$

де: A — вміст вісмуту цитрату в об'ємі проби, який аналізується, знайдений за градувальним графіком, мкг; D — оптична густина розчину; a та b — коефіцієнти лінійної градувальної функції; V_{20} — об'єм повітря, відібраного для аналізу і приведенного до стандартних умов, дм³; V_1 — загальний об'єм екстракту, отриманого після обробки фільтра, см³; V_2 — об'єм екстракту, отриманого після обробки фільтра, що взятий для аналізу, см³.

За результат вимірювань приймали середнє значення масової кон-

центрації вісмуту цитрату в пробі повітря ρ у мг/м³, коли допустиме розходження між результатами вимірювання у паралельних пробах задовольняло значення нормативу оперативного контролю збіжності вимірювань d при довірчій імовірності $P = 0,95$.

При наведенні результату вимірювань масової концентрації вісмуту цитрату вказували похибку результату аналізу, Δ (мг/м³):

$$\Delta = \frac{\delta \cdot \bar{\rho}}{100}, \quad (4)$$

де: δ — значення відносної сумарної похибки вимірювання масової концентрації вісмуту цитрату у повітрі, %.

Результат обчислень концентрації вісмуту цитрату у повітрі робочої зони подавали у вигляді:

$$\rho_c \pm \Delta \text{ [мг/м}^3\text{]}, (P = 0,95; n = 2) \quad (5)$$

або: ρ_c , мг/м³ при сумарній похибці $\pm \delta$ ($P = 0,95; n = 2$)

Таким чином, розроблено методику вимірювання концентрації вісмуту цитрату у повітрі робочої зони, яка має такі основні метрологічні характеристики: границі сумарної відносної похибки δ на рівні 21 % ($P = 0,95; n = 2$); відносна збіжність d дорівнює 2,1 %; відносна похибка градування K рівна 5,8 %. Методика атестована УКРМЕТРТЕ-СТСТАНДАРТОМ.

ЛІТЕРАТУРА

1. Нектегаев І.О., Туркина В.А. Експериментальне дослідження гострої токсичності вісмуту лимоннокисло-го / Матер. конф. "Сучасні проблеми епідеміології, мікробіології та гігієни". — Львів, 2007. — С. 272-276.
2. ГОСТ 8.10-99. Гос. система выполнения измерений. Методики выполнения измерений. Основные положения.
3. ГОСТ 12.1.016-79 зі зміною № 1 від 01.09.83. (ИУС № 9-83). Система стандартов безопасности труда. Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерения концентраций вредных веществ.
4. ГОСТ 12.1.005-88. Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны.
5. Руководство по контролю вредных веществ в воздухе рабочей зоны: Справ. изд. С.И. Муравьева., М.И. Буховский, Е.К. Прохорова и др., — М.: Химия, 1991. — С. 193-202.
6. Справочник химика / Под. ред. Б.П. Никольского. — М.: Химия, 1964. — С. 44-45.
7. Бургер К. Органические реагенты в неорганическом анализе. — М.: Мир, 1975. — С. 213.
8. Коренман И.М. Органические реагенты в неорганическом анализе. — М.: Химия, 1980. — 446 с.
9. Нечипоренко Н.И. Определение висмута в воздухе производственных помещений // Гигиена труда и профессиональные заболевания. — 1976. — № 5. — С. 15.
10. Реми Г. Курс неорганической химии. — М., 1963. — С. 726-734.
11. Шарло Г. Методы аналитической химии. Количественный анализ неорганических соединений/Под. ред. Лурье. — М.: Химия, 1966. — С. 593.
12. ДСТУ ISO 8466-1-2001 Якість води. Визначення градувальної характеристики методик кількісного хімічного аналізу. Частина 1. Статистичне оцінювання лінійної градувальної характеристики (ISO 8466-1:1990, IDT).

**ФОТОМЕТРИЧЕСКАЯ МЕТОДИКА
ИЗМЕРЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИИ ВИСМУТА
ЦИТРАТА В ВОЗДУХЕ РОБОЧЕЙ ЗОНЫ**

Разработана методика определения концентрации висмута цитрата (ВЦ) в воздухе рабочей зоны, которая основана на измерении светопоглощения окрашенных растворов, образующихся в результате реакции ВЦ с тиомочевинной в кислой среде. Методика обеспечивает определение вещества в диапазоне от 0,5 мг/м³ до 2,5 мг/м³. Границы суммарной относительной ошибки δ в пределах ± 21 %.

**PHOTOMETRIC METHOD OF MEASUREMENT OF
CONCENTRATION BISMUTH CITRATE IN THE
AIR OF WORKING ZONE**

The method of definition of concentration bismuth citrate in the air of working zone is developed. Definition executed by a photometric method, which is based on measurement the absorption of light of the painted solutions formed as a result of reaction bismuth citrate with thiourea in sour environment. The method provides definition of substance in a range from 0,5 mg/m³ up to 2,5 mg/m³. Borders of a total relative mistake δ in limits ± 21 %.