

## OZNACZANIE CHLOROWODORU W POWIETRZU ATMOSFERYCZNYM METODĄ TURBIDYMETRYCZNĄ

### 1. WPROWADZENIE

Chlorowódor jest bezbarwnym gazem, dobrze rozpuszczalnym w wodzie. Stężony roztwór tego gazu w wodzie (kwas solny) dymi na powietrzu. Dymiący kwas solny posiada ostry, gryzący zapach. Chlorowódor ma szerokie zastosowanie w przemyśle chemicznym do syntezy związków organicznych i nieorganicznych, a ponadto przy produkcji nawozów, gumy, mas plastycznych, czteroetylku ołowiu, karbonizacji materiałów włókienniczych i przerobu skóry, jedwabiu i barwników oraz w przemyśle metalurgicznym do trawienia metali.

Do atmosfery chlorowódor przedostaje się również w czasie pirolizy i spalania tworzyw sztucznych typu polichlorku winylu (np. podczas utylizacji odpadków)

Jest gazem drażniącym. W kontakcie z wodą jako kwas solny działa żrąco na błony śluzowe dróg oddechowych, spojówki i skórę. W dużych stężeniach wywołuje zmiany zapalne i martwicze dróg oddechowych, kończące się obrzękiem płuc i śmiercią. Niebezpieczne dla życia są stężenia 1500-2000 mg/m<sup>3</sup>, gdy czas narażenia wynosi 0,5 godziny. Mniejsze stężenia chlorowodoru w czasie dłuższej ekspozycji powodują nieżyt dróg oddechowych i owrzodzenie błony śluzowej.

Najwyższe dopuszczalne stężenie w środowisku pracy wynosi 5 mg/m<sup>3</sup>, zaś dopuszczalne stężenie chwilowe 7 mg/m<sup>3</sup>. Najwyższe dopuszczalne stężenie w powietrzu atmosferycznym: 0,2 mg/m<sup>3</sup> (30 min.), 0,1 mg/m<sup>3</sup> (średniodobowe) i 0,025 mg/m<sup>3</sup> (średnioroczne).

Najczęściej wykorzystywanymi metodami oznaczania chlorowodoru w powietrzu atmosferycznym są: metoda turbidymetryczna oraz metoda kolorymetryczna.

### 2. ZASADA METODY

Metodę stosuje się do oznaczania stężenia chlorowodoru w powietrzu otaczającym stanowisko pracy. Analiza polega na przepuszczeniu znanej objętości powietrza przez płuczkę z wodą. Do otrzymanego roztworu dodaje się roztworu azotanu(V) srebra, który reaguje z zaabsorbowanym chlorowodorem. Wytworzona zawiesina chlorku srebra jest oznaczana turbidymetrycznie. Intensywność zmętnienia badanego roztworu wyznacza się z krzywej wzorcowej obrazującej zależność natężenia światła rozproszonego od zawartości chlorków w roztworach wzorcowych.

### 3. ODCZYNNIKI I SPRZĘT POMOCNICZY

- a) **roztwór wzorcowy (podstawowy)** chlorków. Odważyć na wadze analitycznej 2,0447 g chlorku potasowego, (lub 1,6029 g chlorku sodu) uprzednio wysuszonego do stałej masy w temperaturze 110°C, rozpuścić w wodzie redestylowanej w kolbie miarowej o pojemności 1 dm<sup>3</sup>. 1 cm<sup>3</sup> tego roztworu odpowiada 1 mg chlorowodoru,
- b) **roztwór wzorcowy (roboczy)** chlorków. Do kolby miarowej o pojemności 100 cm<sup>3</sup> odmierzyć 10 cm<sup>3</sup> roztworu podstawowego chlorków, uzupełnić wodą redestylowaną do kreski i wymieszać. Następnie przenieść w taki sam sposób 10 cm<sup>3</sup> otrzymanego roztworu do kolby miarowej o pojemności 100 cm<sup>3</sup>, uzupełnić wodą redestylowaną do kreski i wymieszać. 1 cm<sup>3</sup> tak przygotowanego roztworu odpowiada 0,01 mg chlorowodoru,
- c) kwas azotowy(V) - roztwór 1,3 mol/dm<sup>3</sup>, (przygotować przez rozcieńczenie odpowiedniej ilości stężonego HNO<sub>3</sub> cz.d.a.),
- d) roztwór AgNO<sub>3</sub> o stężeniu 0,1 mol/dm<sup>3</sup>,
- e) aspirator do poboru próbek powietrza umożliwiający pobieranie próbek przy przepływie powietrza 30-60 dm<sup>3</sup>/h,
- f) rotametr,
- g) spektrokolorymetr Spekol z przystawką TR,
- h) płuczki do pochłaniania gazu typu Poleżajewa o pojemności 25 ml,
- i) kolbki miarowe o pojemności 25 ml; pipety o pojemności: 1 ml, 2 ml, 25 ml,
- j) naczynko wagowe,
- k) ekzykator,
- l) woda redestylowana.

### 4. WYKONANIE OZNACZENIA

#### Przygotowanie wzorców stężenia chlorowodoru

Do 5 kolb miarowych poj. 25 cm<sup>3</sup> odpipetować odpowiednio objętości: 1,0; 2,0; 5,0; 7,0; 10,0 cm<sup>3</sup> roztworu wzorcowego roboczego i dopełnić wodą do objętości 10 cm<sup>3</sup>. Do szóstej kolby wlać 10 cm<sup>3</sup> wody. Do wszystkich kolb odmierzyć kolejno po 2 cm<sup>3</sup> kwasu azotowego(V) (1,3 mol/dm<sup>3</sup>) i 2 cm<sup>3</sup> azotanu(V) srebra (0,1 mol/dm<sup>3</sup>), wymieszać, dopełnić wodą do kreski i ponownie wymieszać. Tak przygotowane wzorce zawierają kolejno: 0,01; 0,02; 0,05; 0,07 i 0,10 mg chlorowodoru w 25 cm<sup>3</sup> roztworu, szósta kolbka zawiera próbkę kontrolną (ślepa próba). Po 50 minutach wykonać na spektrofotometrze pomiar turbidancji (odczyt w jednostkach absorbancji) tak otrzymanych roztworów wzorcowych wobec ślepej próby przy długości fali 400 nm.

Wyniki zestawień w tabeli:

masa HCl [mg]	0,01	0,02	0,05	0,07	0,10
turbidancja [-]					

Na podstawie otrzymanych wyników sporządzić wykres zależności **turbidancja = f(masa HCl)** oraz wyznaczyć metodą najmniejszych kwadratów parametry równania: **turbidancja = a · masa HCl + b**.

#### Pobieranie próbek powietrza

W miejscu pobierania próbki, przez dwie płuczki połączone szeregowo napełnione wodą redestylowaną w ilości po 5 cm<sup>3</sup> każda, przepuścić 20 dm<sup>3</sup> badanego powietrza przy stałym przepływie nie większym niż 60 dm<sup>3</sup>/h.

#### Analiza próbki

Roztwory z płuczek przenieść do kolby miarowej pojemności 25 cm<sup>3</sup>. Płuczki przepłukać dwoma porcjami wody redestylowanej po 2 cm<sup>3</sup>, roztwory połączyć, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Do kolby miarowej pojemności 25 cm<sup>3</sup> odmierzyć 10 cm<sup>3</sup> roztworu próbki i dodać kolejno 2 cm<sup>3</sup> kwasu azotowego(V) (1,3 mol/dm<sup>3</sup>) i 2 cm<sup>3</sup> azotanu(V) srebra (0,1 mol/dm<sup>3</sup>), wymieszać, dopełnić wodą do kreski i ponownie wymieszać. Po 50 minutach wykonać pomiar turbidancji tak przygotowanego roztworu przy długości fali 400 nm jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej. W przypadku gdy zmierzona turbidancja wykracza poza zakres krzywej wzorcowej należy powtórzyć oznaczenie biorąc odpowiednio mniejszą objętość roztworu próbki.

## 5. OBLICZANIE WYNIKU OZNACZENIA

Zawartość chlorowodoru w badanym powietrzu ( $X_{HCl}$ ) wyrażoną w mg/m<sup>3</sup> obliczyć korzystając z wzoru:

$$X_{HCl} = \frac{m \cdot V_1 \cdot 1000}{V_2 \cdot V} \quad (mg/m^3)$$

w którym: m – masa chlorowodoru obliczona z równania krzywej wzorcowej, mg,  
V – objętość powietrza pobrana do analizy, dm<sup>3</sup>,  
V<sub>1</sub> – całkowita objętość roztworu próbki, cm<sup>3</sup>,  
V<sub>2</sub> – objętość roztworu próbki pobrana do analizy, cm<sup>3</sup>.

## 6. LITERATURA

1. Norma PN-93/Z-04225/03. Ochrona czystości powietrza. Badania zawartości chlorowodoru. Oznaczanie chlorowodoru na stanowiskach pracy metodą turbidymetryczną z pobieraniem próbek do płuczek.