МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ

ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ КАПРОЛАКТАМА В ВОДЕ, ВОЗДУХЕ И БИОЛОГИЧЕСКИХ СРЕДАХ [I].

ОБЩАЯ ЧАСТЬ

Капролактам – $\begin{matrix} CH_2 - CH_2 - C \\ I \\ CH_2 - CH_2 - CH_2 \end{matrix} \!\!>\!\! N$ – лактам Е – аминокапроновой кислоты, молекулярный вес № II3, представляет собой белое кристаллическое вещество с Т. плав. 69,7°. Капролактам хорошо растворим в воде, этаноле, ацетоне и др. органических растворителях. В производственных условиях капролактам может оказывать токсическое действие на организм человека в виде аэрозоля конденсации или пыли.

ПДК капролактама для воды водоемов – I мг/л, для атмосферного воздуха – 0,06 мг/м^3.

Принцип метода

Метод основан на извлечении капролактама из исследу-

I. Утверждено Заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР В.Е. КОВШИЛО 7 августа 1975 № I328 – 75

gost.e-ecolog.ru

емого объекта органическим растворителем, концентрировании экстракта, хроматографировании в тонком слое окиси алюминия и проявлении препарата по реакции N - галогенирования.

Чувствительность метода - I - 2 мкг на пластинке.

Реактивы и растворы

I. Окись алюминия для хроматографии II степени активности
2. Гипс медицинский
3. Калий иодистый, I % водный раствор
4. Крахмал растворимый, 2 % водный раствор
5. Этиловый спирт
6. Калий марганцево - кислый
7. Кислота соляная, концентрированная
8. Ацетон
9. Четыреххлористый углерод
10. Диэтиловый эфир
11. Стандартный раствор капролактама: в мерную колбу на 50 мл вносят 10,0 мг капролактама и доводят этанолом до метки. Концентрация растора составляет 200 мкг/мл.
12. Раствор для проявления - иод - крахмальный реактив. Перед употреблением смешивают 20 мл I % водного раствора иодистого калия, 40 мл 2 % водного раствора крахмала и 20 мл этанола. Раствор пригоден к употреблению до выпадения осадка (2 - 3 суток)
13. Камера с хлором - на дно эксикатора помещают 5 - 6 г марганцевокислого калия, 10-15 мл концентрированной со -

ляной кислоты и закрывают сосуд хорошо притертой крышкой. Через 2 – 3 минуты камера с хлором готова к работе.

Посуда и приборы

1. Стеклянная камера для хроматографирования с притертой крышкой
2. Пульверизаторы стеклянные
3. Эксикатор
4. Микропипетки на 0,2 мл
5. Стеклянные пластинки 9 х 12 см или другого удобного в работе размера
6. Колбы мерные на 50 мл.
7. Колбы конические на 250 мл
8. Сушильный шкаф на 150^{0}
9. Аппарат для встряхивания
10. Фарфоровые чашки
11. Поглотитель Зайцева.

Приготовление пластин для хроматографии

Для получения сорбционной смеси смешивают 50 г окиси алюминия, 5 г гипса, 75 мл дистиллированной воды и 2 мл ортофосфорной кислоты. Полученную смесь встряхивают на аппарате Шутеля в течение 20 – 30 минут. Однородную смесь выливают в чашку и равномерным слоем наносят на чистые обезжиренные пластинки. Пластинки сушат на воздухе в течение суток и в дальнейшем хранят в эксикаторе.

Подвижная фаза – смесь равных объемов ацетона и четыреххлористого углерода.

Определение капролактама в воздухе

Воздух отбирают в поглотитель Зайцева, заполненный (3мл) перегнанным этанолом со скоростью 12 л/час. Для анализа отбирают 60 л воздуха. Во время отбора пробы поглотитель помещают в склянку со льдом и в случае необходимости подливают спирт до метки-3 мл. После отбора пробы этанол упаривают до объема 0,3-0,5 мл и переносят в одну точку на хроматографическую пластинку. Слева и справа от пробы наносят пятна стандартного раствора в количествах 5 и 10 мкг. Пластинку помещают в хроматографическую камеру с подвижной фазой. После подъема жидкости на высоту 10 см пластинку вынимают из камеры сушат в сушильном шкафу при температуре 150°С в течение 5-10 минут, а затем охлажденную пластинку помещают в камеру с хлором на 5-7 минут. После улетучивания хлора под вытяжкой пластинку проявляют иод - крахмальным реактивом, Появление темно - синих пятен на белом фоне с R_f = 0,66 свидетельствует о наличии капролактама. Количественную оценку производят путем измерения площадей пятен и сравнения с графиком зависимости площади пятна от концентрации капролактама, построенном для данной серии пластин по стандартному раствору препарата.

Определение капролактама в воде

Для анализа отбирают 100 мл водной вытяжки и экстраги-

руют трижды по 20 мл диэтиловым эфиром. Объединенный эфирный экстракт пропускают через безводный сульфат натрия и упаривают в концентраторе на водяной бане до объема 0,2 – 0,5 мл. Упаренный экстракт переносят на хроматографическую пластинку. Дальнейшее определение производят также, как и для определения капролактама в воздухе.

Определение капролактама в биологических средах.

В делительную воронку помещают 10 мл крови или предварительно измельченную навеску органа (1 – 10 г) прибавляют 10 мл диэтилового эфира и интенсивно встряхивают в течение 1 – 2 минут. Экстракцию проводят трижды. Объединенные экстракты сушат безводным сульфатом натрия и упаривают в концентраторе на водяной бане до объема 0,2 – 0,5 мл. Упаренный экстракт переносят на хроматографическую пластинку и дальнейшее определение проводят так же, как и при определении капролактама в воздухе.

Ошибка определения составляет ± 10 %, воспроизводимость метода 80 – 90 %.

gost.e-ecolog.ru