УТВЕРЖДАЮ

Главный государственный
санитарный врач
Республики Беларусь

В.П. Филонов

"3" июня 1996 г.

№ 11-12-26-96

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ДИМЕТИЛФОРМАМИДА В ВЫТЯЖКАХ (ПОТОВАЯ ЖИДКОСТЬ) ИЗ ВОЛОКНА "НИТРОН Д" МЕТОДОМ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Настоящие методические указания предназначены для учреждений санэпиднадзора Министерства здравоохранения Республики Беларусь и заводских лабораторий.

1. Краткая характеристика препарата

1.1. Физико-химическая характеристика препарата

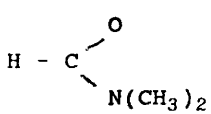
Химическое название по номенклатуре:

ИСО - N,N-диметилформамид

ИЮПАК - диметиламид муравьиной кислоты

Брутто-формула - $(CH_3)_2NCOH$

Структурная формула:



Молекулярная масса - 73,09. Бесцветная подвижная жидкость со слабым специфическим запахом.

Температура кипения - 153,0^{0}С. Хорошо растворим в воде, этаноле, эфире, ацетоне, бензоле, толуоле, четыреххлористом углероде. Плотность 0,9445 г/см^3.

Применяется как растворитель полиакрилонитрила, в производстве синтетических волокон и при синтезе ряда органических соединений.

gost.e-ecolog.ru

1.2. Гигиенические нормативы диметилформамида

ПРЕДЕЛЬНО ДОПУСТИМАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ диметилформамида в воде хозяйственно-питьевого и культурно-бытового назначения составляет 10,0 мг/дм^3.

2. Основные положения

2.1. Принцип метода

Метод основан на хроматографировании анализируемой вытяжки волокна на приборе, оснащенном пламенно-ионизационным детектором, при использовании хроматографической колонки с неподвижной фазой ПЭГ-20М.

2.2. Метрологическая характеристика метода

Нижний предел обнаружения, мкг	0,01
Диапазон определяемых концентраций, мг/дм^3 ..	5,0-200
Среднее значение определения, %	94,9
Доверительный интервал среднего значения определения при p=0.95 и n=6	2,4
Стандартное отклонение, S	0,57
Относительное стандартное отклонение, %	5,10

3. Реактивы и растворы

Диметилформамид, ч., ГОСТ 20289-74
Инертон AW-DMCS (зернение 0,20-0,25 мм), пропитанный полиэтиленгликолем 20М в количестве 10% от веса твердого носителя.
Азот газообразный, осч, ГОСТ 9293-74
Аммоний хлористый, хч, ГОСТ 3773-72
Натрий хлористый, чда, ГОСТ 4233-77
Натрий сернокислый, безводный, ч, ГОСТ 4166-76
Калий хлористый, чда, ГОСТ 4234-77
Молочная кислота, чда, ТУ 6-09-135-75
Мочевина, чда, ГОСТ 6691-77

3.1 Приборы, аппаратура, посуда

Газовый хроматограф с пламенно-ионизационным детектором
Колонка хроматографическая стеклянная (200 х 0,3 см)
Микрошприц, МШ-10, ТУ 2.833.106
Пробирки вместимостью 5 $см^3$ с пришлифованными пробками, ГОСТ 1770-74
Пипетки, вместимостью 1, 2, 5, 10 $см^3$, ГОСТ 20292-74
Колбы мерные, вместимостью 50 и 100 $см^3$, ГОСТ 1770-74
Вакуумный водоструйный насос, ГОСТ 25336-82

4. Отбор проб

Для исследования отбирается средняя проба волокна, из которой берется не менее трех навесок. Порядок составления этой пробы зависит от величины партии волокна. На основании результатов исследования средней пробы делается вывод о всей партии волокна.

Под партией волокна понимается любое количество его одной категории, оформленное одним техническим регламентом.

Для составления средней пробы отбираются отдельные выемки волокна весом 10 г в нескольких (3-4) местах его хранения, помещаются в полиэтиленовый мешок, который завязывается. По мере возможности проба перемешивается, путем перетирания в пакете. Из полученной средней пробы берутся навески для лабораторных исследований. Для взвешивания и анализа пробы волокна нарезается ножницами на более мелкие частицы.

5. Подготовка к определению

5.1 Приготовление хроматографической колонки

Стеклянную колонку (200 х 0,3 см) заполняют под вакуумом готовой хроматографической насадкой (Инертон AW-DMCS с 10% ПЭГ-20М) и кондиционируют при 180^0С в течение 10 часов в токе азота, не подсоединяя к детектору. По окончании кондиционирования колонку подключают к детектору хроматографа и готовят прибор к работе согласно инструкции по его эксплуатации.

5.2 Приготовление стандартных и градуировочных растворов

Для приготовления основного стандартного раствора диметилформамида с концентрацией 37,78 мкг/см^3 с помощью микрошприца МШ-10 набирают 4,0 мкл чистого диметилформамида и вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 с пришлифованной пробкой (предварительно в колбу наливают на 1/2 ее объема наливают дистиллированную воду). Затем объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.

Градуировочные растворы диметилформамида с концентрациями 5,0; 10,0; 20,0 мкг/см^3 готовят разбавлением основного стандартного раствора дистиллированной водой.

Хранят в холодильнике, Растворы устойчивы в течение 3-х недель.

5.3. Приготовление модельной среды

Для приготовления модельной среды, имитирующей потовую жидкость, в мерную колбу (1000 см^3) вносят 4,5 г хлорида натрия; 0,3 г хлорида калия; 0,3 г сульфата натрия; 0,4 г хлорида аммония; 0,2 г мочевины и 3,0 г молочной кислоты и 500 см^3 дистиллированной воды. Встряхиванием растворяют смесь реактивов, а затем доводят дистиллированной водой до метки.

5.4. Приготовление вытяжки волокна в модельную среду

5,0 г пробы волокна помещают в стеклянную емкость на 100 см^3, заливают модельной средой (потовая жидкость) в количестве 50,0 см^3 (в соотношении 1:10) и выдерживают при температуре 37^{0}С в течение 6 часов. После чего пробу отфильтровывают через бумажный фильтр в другую емкость на 100 см^3. Проба может храниться в холодильнике 3-4 дня.

6. Проведение определения

Аликвоту (2 мкл) отфильтрованной пробы вытяжки волокна вводят в испаритель хроматографа. В качестве контроля хроматографируют раствор модельной среды.

Хроматографический анализ проб осуществляют на газовом хроматографе с использованием пламенно-ионизационного детектора при следую-

щих условиях:

Колонка - стеклянная, длиной 2 м и внутренним диаметром 3 мм.
Насадка - Инертон AW-DMCS (зернение 0,20-0,25мм) с 10% ПЭГ-20М
Температура колонки ..... 120^0C
Температура испарителя ..... 200^0C
Скорость потока газа-носителя, азота, осч .... 30 мл/мин
Скорость потока водорода ..... 30 мл/мин
Скорость потока воздуха ..... 300 мл/мин
Скорость диаграммной ленты ..... 600 мм/час
Объем вводимой пробы ..... 2 мкл
Время удерживания диметилформамида ..... 2 мин 40 сек
Линейный динамический диапазон 1000

В этих же условиях хроматографируют аликвоты градуировочных стандартных растворов. Хроматографирование экстрактов и стандартных растворов проводят дважды и вычисляют среднее значение высот пиков (после вычета контроля).

Линейный характер зависимости высоты пика диметилформамида от его содержания сохраняется в диапазоне концентраций 5 - 200 мг/дм^3.

Расчет концентрации диметилформамида в исследуемой пробе проводят путем сравнения высот пиков анализируемого образца и стандартного раствора.

7. Обработка результатов

Концентрацию диметилформамида в исследуемой пробе, модельной среде (X) в мг/дм^3 рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{C \times H_2 \times 100}{H_1 \times V \times R}, \text{ где}$$

C - концентрация диметилформамида в стандартном растворе, мкг/см^3;
H_1 - высота пика стандартного раствора, мм;
H_2 - высота пика анализируемого раствора, мм;
V - объем исследуемого раствора, взятый для анализа, см^3.
R - процент определения, равный 94,9

8. Требования безопасности

Необходимо соблюдать все требования безопасности при работе в химических лабораториях с органическими растворителями и токсическими веществами, а также "Правила устройства, техники безопасности, производственной санитарии, противоэпидемического режима и личной гигиены в лабораториях, отделениях санитарно-эпидемиологических учреждений системы МЗ СССР".- No 2455-81 от 20.10.1981 г.

9. Разработчики

Присмотров Ю.А., Цай Т.В. Белорусский научно-исследовательский санитарно-гигиенический институт. 220012, г.Минск, ул. Ф.Скорины, 8/47, тел. 684375.

gost.e-ecolog.ru