МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

Выпуск XVI

Москва, 1980

gost.e-ecolog.ru

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

Москва, 1980 г.

Сборник методических указаний составлен методической секцией по промышленно-санитарной химии при проблемной комиссии "Научные основы гигиены труда и профессиональной патологии".

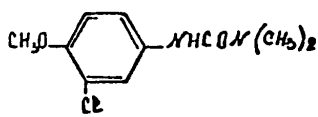
Выпуск XVI

Настоящие методические указания распространяются на определение содержания вредных веществ в воздухе промышленных помещений при санитарном контроле.

Редакционная коллегия: Тарасов В.В., Бабина М.Д., Набиев М.Н., Дьякова Г.А., Озечкин В.Г.

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Главного государственного санитарного врача СССР
_____ А.И.ЗАЙЧЕНКО
"23" сентября 1980 г.
№ 2231-80

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДОЗАНЕКСА В ВОЗДУХЕ



М.м. 228,67

Дозанекс(метоксурон, гербицид 6602) – гербицид, выпускается в форме 80%-ного смачивающегося порошка.

Действующим началом дозанекса является *N*/3-хлор-4 метоксифенил/ – *N*,*N*-диметилмочевина.

Дозанекс представляет собой светлый порошок. Растворимость в воде при 23–24°С около 678 мг/л, хорошо растворим в органических растворителях. Т.пл. 126–127°С.

I. Общая часть

I. Определение основано на хроматографировании дозанекса в тонком слое окиси алюминия с последующим обнаружением зоны локализации препарата после термического разложения дозанекса до ароматического амина при температуре 160–180°С, диазотирования последнего с нитритом натрия и сочетания солей, производных фенилдиазония с 1 –нафтолом.

2. Предел обнаружения I мкг в анализируемом объеме раствора.

3. Предел обнаружения в воздухе 0,05 мг/м^3 (при отборе 100л).

4. Погрешность определения ± 20%.

5. Диапазон измеряемых концентраций 0,05- 10 мг/м^3

6. Определению мешают вещества, дающие при термическом разложении ароматические амины, величина R_f которых близка к величине R_f дозанекса (пропанид, паторан, малоран, препарат 680, 3 хлор--4 метилпропионанилид).

7. Ориентировочно безопасный уровень воздействия дозанекса I мг/м^3.

II. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые реактивы и растворы

Дозанекс, х.ч.

Стандартный раствор, содержащий 200 мкг/мл анализируемого соединения, готовят растворением 0,02 г действующего начала в ацетоне в мерной колбе на 100 мл. Срок хранения раствора в холодильнике 30 дней.

Алюминия окись для хроматографии 2 степени активности, МРТУ 6-09-5296-68

Кальций сернокислый, чда, ГОСТ 3210-66. Высушивают в сушильном шкафу при 150°С в течение 6 часов.

Крахмал растворимый, х.ч., ГОСТ 10163-62. Готовят 1I% раствор и нагревают его до кипения

Натрий сернокислый безводный, чда, ГОСТ 4166-76

Н-гексан, х.ч., ТУ 6-09-3375-73

Ацетон чда, ГОСТ 2603-71

Бензол, чда, ГОСТ 5955-75

Хлороформ х.ч., ГОСТ 215-74

1-Нафтол, чда, ГОСТ 5838-70

Нитрит натрия, ГОСТ 4197-74

Калий едкий ГОСТ 4203-65

Соляная кислота, концентрированная, ГОСТ 3118-67

Проявляющие реактивы: № 1 - 1 г нитрита натрия растворяют в смеси 46 мл воды и 4 мл концентрированной соляной кислоты, № 2 - 2,8 г едкого калия растворяют в 50 мл воды, в этом растворе растворяют 0,1 г 1-нафтола

9. Применяемые приборы и посуда

Аспирационное устройство

Фильтродержатели

Хроматографические камеры

Пульверизаторы стеклянные

Фильтры аэрозольные, АФА-ХА-18,

Пипетки для нанесения проб

Микропипетки для нанесения стандартов

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770-74

Фарфоровая ступка

Баня водяная

Спектрофотометр

Пластинка для хроматографирования.

Стеклянную пластинку (13х18 см) промытую содой, хромовой смесью и дистиллированной водой, протирают этиловым спиртом и покрывают сорбционной массой. Для получения сорбционной массы 50 г окиси алюминия, 5 г сернокислого кальция смешивают в фарфоровой ступке, прибавляют 80-90 мл 1% раствора крахмала, тщательно растирают до образования однородной массы. Приготовленные пластинки сушат на воздухе в течение 12-16 часов и хранят в эксикаторе.

Ш. Отбор проб воздуха

10. Воздух со скоростью 5 л/мин аспирируют через фильтр, помещенный в фильтродержатель. Для определения 1/2 ориентировочно безопасного уровня воздействия следует отобрать 10 л воздуха.

IУ. Описание определения

11. Фильтр промывают трижды по 10–15 мл хлороформом, экстракты объединяют, сливают через стеклянную воронку со слоем (5 г) безводного сернокислого натрия в колбу, отгоняют растворитель до 0,1 – 0,2 мл и количественно наносят на хроматографическую пластинку, споласкивая колбу дважды по 0,2 мл н-гексаном. Пластинку помещают в хроматографическую камеру, в которую за 30 мин до хроматографирования налит подвижный растворитель – смесь бензола с ацетоном в соотношении 9:1, в таком количестве, чтобы пластинка погружалась не более чем на 0,5 см.

После того, как подвижный растворитель поднимется на 10 см, пластинку вынимают из камеры, отмечают линию фронта растворителя и оставляют на несколько минут на воздухе для испарения растворителя. Пластинку помещают в сушильный шкаф, нагретый до 160–180°С и выдерживают при этой температуре в течение 45 минут. Пластинку орошают проявляющим раствором № 1 и сразу же реактивом № 2 (расход реактива № 1 втрое меньше, чем реактива № 2). Величина R_f дозанекса 0,4 ± 0,05.

Количественное определение проводят по калибровочному графику, для построения которого наносят на пластинку стандартные растворы дозанекса в количествах, содержащих 5,10,20,40,50,80,100 мкг. Обрабатывают аналогично пробам. Образовавшиеся розовые пятна дозанекса соскабливают и растворяют в ацетоне в количестве 5 мл,

фотометрируют ацетоновый раствор при длине волны 450 нм, раствором сравнения служит ацетон.

Концентрацию дозанекса в мг/м^3 воздуха (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{q \cdot V_1}{V \cdot V_{20}}, \text{ где}$$

q – количество дозанекса в анализируемом объеме пробы, мкг

V_1 – общий объем пробы, мл

V – объем пробы, взятый для анализа, мл

V_{20} – объем пробы воздуха в л., взятый для анализа и приведенный к стандартным условиям по формуле (см. приложение I).

Приложение I

Приведение объема воздуха к стандартным условиям проводят по следующей формуле:

$$V'_{20} = \frac{V_t \, (273 + 20) \cdot P}{(273 + t^\circ) \cdot 101{,}33}, \text{ где}$$

V'_t – объем воздуха, отобранный для анализа, л

P – барометрическое давление, кПа (101,33 кПа=760 мм рт.ст)

t° – температура воздуха в месте отбора пробы, $^\circ C$

Для удобства расчета V'_{20} следует пользоваться таблицей коэффициентов(приложение 2). Для приведения воздуха к стандартным условиям надо умножить V'_t на соответствующий коэффициент.

К О Э Ф Ф И Ц Е Н Т Ы

для приведения объема воздуха к стандартным условиям: температура +20°С и атмосферное давление 101,33 кПа

С	Давление Р, кПа										
	97,33	97,86	98,4	98,93	99,46	100	100,53	101,06	101,33	101,86	102,40
0	1,1582	1,1646	1,1709	1,1772	1,1836	1,1699	1,1963	1,2026	1,2058	1,2122	1,2185
6	1,1393	1,1456	1,1519	1,1581	1,1644	1,1705	1,1768	1,1831	1,1862	1,1925	1,1986
2	1,1212	1,1274	1,1336	1,1396	1,1458	1,1519	1,1581	1,1643	1,1673	1,1735	1,1795
8	1,1036	1,1097	1,1158	1,1218	1,1278	1,1338	1,1399	1,1460	1,1490	1,1551	1,1611
4	1,0866	1,0926	1,0986	1,1045	1,1105	1,1164	1,1224	1,1284	1,1313	1,1373	1,1432
0	1,0701	1,0760	1,0819	1,0877	1,0936	1,0994	1,1053	1,1112	1,1141	1,1200	1,1258
	1,0540	1,0599	1,0657	1,0714	1,0772	1,0829	1,0887	1,0945	1,0974	1,1032	1,1089
	1,0385	1,0442	1,0499	1,0556	1,0613	1,0669	1,0726	1,0784	1,0812	1,0869	1,0925
	1,0309	1,0366	1,0423	1,0477	1,0535	1,0591	1,0648	1,0705	1,0733	1,0789	1,0846
	1,0234	1,0291	1,0347	1,0402	1,0459	1,0514	1,0571	1,0627	1,0655	1,0712	1,0767
	1,0087	1,0143	1,0198	1,0253	1,0309	1,0363	1,0419	1,0475	1,0502	1,0557	1,0612
0	0,9944	0,9999	1,0054	1,0108	1,0162	1,0216	1,0272	1,0326	1,0353	1,0407	1,0462
1	0,9806	0,9860	0,9914	0,9967	1,0021	1,0074	1,0128	1,0183	1,0209	1,0263	1,0316
3	0,9671	0,9725	0,9778	0,9830	0,9884	0,9936	0,9989	1,0043	1,0069	1,0122	1,0175
0	0,9605	0,9658	0,9711	0,9763	0,9816	0,9868	0,9921	0,9974	1,0000	1,0053	1,0105
2	0,9539	0,9592	0,9645	0,9696	0,9749	0,9800	0,9853	0,9906	0,9932	0,9985	1,0036
1	0,9475	0,9527	0,9579	0,9631	0,9683	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	0,9917	0,9968
5	0,9412	0,9464	0,9516	0,9566	0,9618	0,9669	0,9721	0,9773	0,9799	0,9851	0,9902
5	0,9349	0,9401	0,9453	0,9503	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785	0,9836
0	0,9288	0,9339	0,9391	0,9440	0,9492	0,9542	0,9594	0,9645	0,9670	0,9723	0,9772

I	2	3	4	5	6	7	8	9	I0	II	I2
+34	0,9I67	0,92I8	0,9268	0,93I8	0,9368	0,94I8	0,9468	0,95I9	0,9544	0,9595	0,9644
+38	0,9049	0,9099	0,9I49	0,9I98	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,942I	0,947I	0,9520

gost.e-ecolog.ru