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".

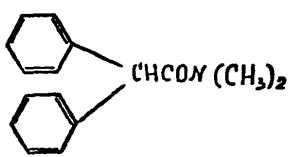
Выпуск XVI

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
Зам.Главного государственного
санитарного врача СССР
_____ А.И.ЗАЙЧЕНКО
"23" сентября 1980 г.
№ 2225-80

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИФЕНАМИДА В ВОЗДУХЕ



М.м. 239,3

Дифенамид (синонимы: димид, дифениламид, инид) является гербицидом корневого действия.

Действующее вещество: *N,N*-диметилдифенилацетамид (далее: дифенамид), – белое кристаллическое вещество с Т.пл. 134,5°С. Растворим в органических растворителях, в воде при 25°С – 0,024%. Малолетуч.

I. Общая часть

I. Определение основано на хроматографировании дифенамида в тонком слое окиси алюминия, с последующим обнаружением зон локализации препарата после их последовательной обработки растворами фосфорномолибденовой кислоты, Драгендорфа и марганцовокислого калия.

2. Предел обнаружения I мкг в анализируемом объеме.

3. Предел обнаружения в воздухе 0,0I мг/м³ (при отборе I00л воздуха.

4. Погрешность определения ± 8%.

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

6. Определению не мешают дифенилуксусная кислота, дихлорфенилэтилен, другие амиды.

7. Предельно допустимая концентрация дифенамида в воздухе 5 мг/м^3.

II. Реактивы и аппаратура.

8. Применяемые реактивы и растворы

Дифенамид, х.ч.

Стандартный раствор № I, содержащий 2,0 мг/мл анализируемого соединения, готовят растворением 0,2 г действующего начала в спирте в мерной колбе на 100 мл.

Стандартные растворы №№ 2,3,4,5,6, содержащие 0,1; 0,3; 0,5; 1,5; 2,0 мг/мл анализируемого соединения , готовят в мерных колбах на 10 мл путем разбавления спиртом стандартного раствора № I. Срок хранения растворов трое суток.

Бензол х.ч., ГОСТ 5955-75

Гексан, ч, ТУ-6-09-3375-73

Ацетон, х.ч., ГОСТ 2603-71

Аммиак, ГОСТ 3760-64, 25%-ный раствор

Спирт этиловый, ГОСТ 5963-67

Алюминия окись для хроматографии II ст активности, ч, МРТУ-6-09-5296-68

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

Висмут (III) азотнокислый ГОСТ 4110-62;

Сосфорно-молибденовая кислота МРТУ 6-09-4790-67

Кислота уксусная ледяная, х.ч., ГОСТ 61-69

Калий иодистый 4232-65

Калий марганцовокислый ГОСТ 204890-75

Кислота серная ГОСТ 4204-77

Проявляющий реактивы:

№ I 10%-ный спиртовый раствор фосфорно-молибденовой кислоты;

№ 2 (реактив Драгендорфа) – к раствору 850 мг азотнокислого висмута в 40 мл воды и I0 мл уксусной кислоты прибавляют раствор 8 г иодистого калия в 20 мл воды. Для проявления хроматограмм 1 мл этого раствора разбавляют 2 мл уксусной кислоты и I0 мл воды;

№ 3 – 0,5 г марганцовокислого калия растворяют 2,5 мл конц.серной кислоты.

9. Применяемые посуда и приборы.

Аспирационное устройство

Хроматографические камеры

Пульверизаторы стеклянные

Микрошприц емкостью I0 мкл

Ротационный испаритель ИР-I

Насос водоструйный

Воронка ВПС с пористой пластинкой № 2

Склянки с притертыми пробками

Колбы грушевидные для отгонки растворителя емкостью I00 мл

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ I770-74

Пластинка для хроматографирования. Стеклянную пластинку (I3xI8 см) промытую содой, хромовой смесью, дистиллированной водой, протирают спиртом. Покрывают сорбционной массой, для приготовления которой (6-7 пластинок) смешивают I4 г окиси алюминия, 2 г сернокислого кальция и 60 мл воды в фарфоровой ступке, тщательно перемешивают до образования однородной суспензии. На пластинку равномерно наносят I0 г сорбционной массы. Пластинки сушат на воз-

духе I6-I8 часов, активируют в сушильном шкафу в течение 2 час при температуре I00-II0°С, хранят в эксикаторе.

III. Отбор проб воздуха

I0. Воздух со скоростью 4-5 л/мин аспирируют через воронку ВПС. Для определения I/2 предельно допустимой концентрации достаточно отобрать 0,4 л воздуха. Срок хранения отобранных проб трое суток.

IУ. Описание определения.

II. Воронку промывают током бензола (30 мл). Смыв собирают в отгонную колбу. Растворитель испаряют досуха под вакуумом . Сухой остаток растворяют в 0,5 мл этилового спирта.

На стартовую линию хроматографической пластинки наносят по I0 мкл исследуемого и стандартных растворов № 2, 3, 4, I, 5, 6 - содержание дифенамида в стандартах составляет соответственно I, 3, 5, I0, I5, 20 мкг. Пластинку помещают в хроматографическую камеру, в которую за 30 мин до хроматографирования налит подвижный растворитель - гексан, ацетон, аммиак в соотношении I0:5:0,8 в таком количестве, чтобы пластинка погружалась не более чем на 0,5 см.

После того, как подвижный растворитель поднимется на I0 см, пластинку вынимают из камеры, отмечают линию фронта растворителя, подсушивают на воздухе в вытяжном шкафу. Орошают последовательно пластинку проявляющими реактивами № I,2,3.

Величина R_f дифенамида 0,5 ± 0,03. Окраска пятен устойчива I0-I5 мин.

Количественное определение производят путем сравнения интенсивности и площади пятен стандартных растворов и проб. Пятна по краям обкалывают тонкой иглой и с помощью промасленной миллиметровой бумаги измеряют их площади.

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

$$X = \frac{S_к \cdot \varphi \cdot V_1}{S_{ст} \cdot V \cdot V_{20}}, \text{ где}$$

$S_к, S_{ст}$ – площади пятен соответственно исследуемого и стандартного растворов, мм^2

φ – содержание дифенамида в анализируемом объеме, мкг

V_1 – общий объем пробы, мкл

V – объем пробы, взятый для анализа, мкл

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