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

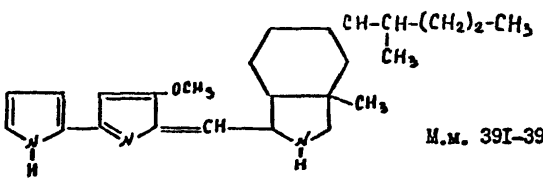
Настоящие методические указания распространяются на определение содержания вредных веществ в воздухе промышленных помещений при санитарном контроле.

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" декабря 1980 г.
№ 2219-80

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВИТАМИЦИНА В ВОЗДУХЕ.

Структурная формула



М.м. 391-393

Витамицин А- соединение, образуемое актиномицетом оранжевой группы *Act aurcoverticillatus*, является основным действующим началом препарата витамицина и по внешнему виду представляет собой порошок красного цвета, хорошо растворим в органических растворителях, не растворим в воде.

I. Общая часть.

I. Определение основано на хроматографировании витамицина в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зоны локализации препарата в виде розовых пятен.

2. Предел обнаружения 0,0I мкг в анализируемом объеме.

3. Предел обнаружения 0,0002 мг/м^3 (при отборе 50л воздуха)

4. Погрешность определения ± I5%

5. Диапазон измеряемых концентраций 0,0002 – 3 мг/м^3.

6. Наполнители технического препарата не мешают определению.

7. Предельно допустимая концентрация в воздухе – 0,01 мг/м^3.

II. Реактивы и аппаратура.

8. Применяемые реактивы и растворы.

Витамицин А , х.ч.

Стандартный раствор № I, содержащий 40 мкг/мл анализируемого соединения, готовят растворением 0,002 г витамицина А в хлороформе в мерной колбе емкостью 50 мл. Устойчив 5 дней.

Стандартный раствор № 2, содержащий 4 мкг/ мл, готовят соответствующим разбавлением хлороформом стандартного раствора № I. Устойчив 5 дней.

Этиловый спирт, ГОСТ 5963-67

Хлороформ х.ч., ГОСТ 2I5-74

Метанол х.ч., ГОСТ 6995-67

Ацетон ГОСТ 2603-7I.

9. Применяемые приборы и посуда.

Аспирационное устройство

Воронки делительные ГОСТ 86I3-64

Колбы грушевидные емкостью 25 мл ГОСТ I0394-63

Хроматографические камеры

Хроматографические пластинки типа "Силуфол".

Пластинки размером 70х 50 мм помещают в камеру, насыщенную ацетоном, дают подняться растворителю до конца пластинки и высушивают на воздухе.

Ротационный испаритель ИР-I.

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ I770-74.

III. Отбор проб воздуха

10. Воздух со скоростью 10 л/мин аспирируют через фильтр, помещенный в фильтродержатель. Для определения 1/2 предельно допустимой концентрации следует отобрать 2 л воздуха.

IУ. Описание определения.

11. Фильтр переносят в делительную воронку на 25 мл., заливают 10 мл этилового спирта и экстрагируют 10 минут, сливают экстракт в грушевидную колбу для отгонки, отжимая фильтр стеклянной палочкой. Фильтр промывают повторно 5 мл этанола. Экстракты объединяют, упаривают на ротационном испарителе досуха. Сухой остаток растворяют в 0,5-1,0 мл хлороформа.

На стартовую линию пластинки наносят хлороформный раствор пробы и стандартные растворы витамицина с различным содержанием (0,04-0,16) мкг анализируемого соединения. Пластинку помещают в хроматографическую камеру, в которую за 30 мин до хроматографирования налит подвижный растворитель - хлороформ; метанол 9:1, в таком количестве, чтобы пластинка погружалась не более чем на 0,5 см.

После подъема фронта растворителя на высоту 6 см пластинку вынимают и сушат на воздухе. О наличии витамицина в пробе свидетельствует появление на хроматограмме двух розовых пятен, образование которых объясняется тем, что витамицин принадлежит к числу веществ с таутомерной структурой.

Содержание витамицина определяют по нижнему пятну, величина R_f которого 0,35 $\pm$ 0,03.

Количественное определение производят путем сравнения площади пятен стандартных растворов и проб. Площади пятен измеряют с помощью промасленной миллиметровой бумаги.

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

$$X = \frac{g \cdot f_x}{f_{cm} V_{20}}$$, где

g – количество витамицина в стандарте, в мкг

f_x – площадь пятна пробы, мм^2,

f_{cm} – площадь пятна стандарта, мм^2,

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