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.

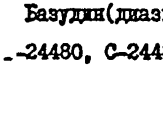
УТВЕРЖДАЮ:
Заместитель Главного государственного санитарного врача СССР
_____ А.И.ЗАЙЧЕНКО
"23" сентября 1980 г.
№ 2214-80

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ И ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ БАЗУДИНА В ВОЗДУХЕ

Базудин(диазинон, дицид, спектрацид, спектрацид 25 Е, экзодин, -24480, С-24480)

Таблица 4

Физико-химические свойства

Формула	М.м.	Растворимость	Т.кип.	Давление паров	Агрегатное состояние
 0,О-диэтил-О-(2-изопропил-4-метил-6-пиримидил)тиофосфат	303,97	Вода-40 мг/л при 20°С Хорошо: ацетон, диэтиловый эфир, этанол, метанол, гексан, хлороформ, бензол	89°С при 0,1 мм рт.ст.	$8,4 \cdot 10^{-5}$ мм.рт.ст. Летучесть: 1,39 мг/м³ при 20°С; 4,51-при 30°С; 13,24 мг/м³- при 40°С	Пары

Выпускается в виде 60%-ного концентрата эмульсии, 40%-ного смачивающегося порошка, 5 и 10%-ных гранулированных препаратов.

А. Метод тонкослойной хроматографии.

I. Общая часть.

I. Определение основано на хроматографировании базудина в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зон локализации препарата по реакции с хлористым палладием или бромфеноловым синим.

2. Предел обнаружения 2 мкг в анализируемом объеме.

3. Предел обнаружения в воздухе 0,I мг/м^3 (расчетный)

4. Погрешность определения ± I2,5%

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

6. Определению базудина не мешают наполнители технического препарата, гексахлорциклогексан и полихлорпинен.

7. Предельно допустимая концентрация базудина в воздухе 0,2 мг/м^3.

II. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые реактивы и растворы

Стандартный раствор базудина в диэтиловом эфире с содержанием I00 мкг/мл действующего начала препарата. Устойчив I месяц. Хранят на холоду.

Ацетон, х.ч., ГОСТ 2603-7I

Диэтиловый эфир, медицинский для наркоза ГОСТ 6265-50

Гексан, ТУ 6-09-3375-73

Кислота соляная, ГОСТ 3II8-67, 0,0I н.раствор

Кислота лимонная, х.ч., ГОСТ 3652-69, 2%-ный раствор

Кислота уксусная, х.ч., ГОСТ 6I-69, 5%-ный раствор

Проявляющие реактивы: 0,2 г. хлористого палладия МРТУ 6-09-I964-64 помещают в коническую колбочку емкостью I00 мл, прили-

вают 40-50 мл 0,01 н раствора соляной кислоты и на 10-15 мин опускают колбочку в водяную баню, нагретую до температуры 60-70°С. Затем колбочку охлаждают до комнатной температуры. В период нагревания и охлаждения колбу периодически встряхивают. После полного растворения реактива раствор переносят в цилиндр и разбавляют 0,01 н раствором соляной кислоты до объема 100 мл. Хранят в склянке с притертой пробкой на холоду.

Серебно азотнокислое, чда, ГОСТ 1277-63, 0,5%-ный водно-ацетоновый раствор (1 часть воды и 3 части ацетона).

Бромфеноловий синий, ТУ МГУХП 271-59, 0,05 г бромфенолового синего растворяют в 10 мл ацетона и доводят раствором азотнокислого серебра до объема 100 мл. Проявляющий реактив хранят в темном прохладном месте в склянке с притертой пробкой. Устойчив 30 дней.

Кальций сернокислый, х.ч., ГОСТ 3210-66. Высушивают в сушильном шкафу (при 160°С) в течение 6 часов.

Силикагель КСК, размер частиц 100 меш.

Силикагель марки АСМ, КСК, размер частиц 1 мм

9. Применяемые посуда и приборы.

Аспирационное устройство

Стеклянные гофрированные трубки для отбора проб воздуха

Поглотительные приборы с пористой пластинкой № 1

Хроматографические камеры

Пульверизаторы стеклянные

Сушильный шкаф (термостат)

Муфельная печь

Ротационный испаритель ИР-1.

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770-74

Хроматографические пластинки типа /"Силуфол"/15 х 15 см

Пластинка для хроматографирования.

Стеклянную пластинку (9хI2 см), промытую содой, хромовой смесью и дистиллированной водой, протирают этиловым спиртом и покрывают сорбционной массой, для получения которой 35 г силикагеля, 2 г. сернокислого кальция смешивают в фарфоровой ступке и тщательно растирают, небольшими порциями прибавляя 90 мл воды до образования однородной массы и наносят равномерным слоем на I0 пластинок. Сушат на воздухе I2–I6 часов и хранят в эксикаторе над осушителем.

Ш. Отбор проб воздуха

I0. Воздух со скоростью до 2 л/мин аспирируют через трубку с силикагелем или через поглотительный прибор с 8–I0 мл гексана(или ацетона) со скоростью до I л/мин. Поглотительный прибор помещают в баню со льдом. Для определения I/2 предельно допустимой концентрации следует отобрать 20 л воздуха.

Пробы хранят на холоду до I недели.

IУ. Описание определения

II. Силикагель промывают I0 мл диэтилового эфира против потока поглощения. Растворитель и поглотительный раствор, отгоняют на ротационном испарителе до 0,2–0,5 мл и количественно наносят на стартовую линию пластинки со слоем силикагеля КСК или пластинки "Силуфол" и стандартные растворы базудина в интервале концентраций 2 – 20 мкг. Пластинку помещают в хроматографическую камеру, в которую за 30 минут до хроматографирования налит подвижный растворитель – для пластинок с силикагелем КСК – смесь гексан-ацетон (I0:2), для пластинок "Силуфол" – гексан-ацетон (I0:I), 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 и оставляют на несколько минут для испарения растворителей и

орошают пластинку проявляющим реактивом:

а/ раствором хлористого палладия в зоне локализации базудина тотчас появляются пятна желто-коричневого цвета,

б/ пластинку после опрыскивания бромфеноловым реактивом помещают в сушильный шкаф на 10 мин при 60-70°С, охлаждают и обрабатывают для обесцвечивания фона 2%-ным раствором лимонной или 5%-ным раствором уксусной кислоты. Базудин проявляется в виде синих пятен на желтом фоне поверхности сорбента.

Величина R_f базудина – 0,5 ± 0,03

Количественное определение производят путем сравнения интенсивности окраски и площади пятен стандартных растворов и проб.

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

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

g – содержание базудина в анализируемой пробе, мкг

V_1 – общий объем пробы, мл

V – объем пробы, взятый для анализа, мл

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

Б. Газохроматографический метод.

I. Общая часть

I. Определение базудина основано на газожидкостной хроматографии с применением термоионного детектора. Отбор проб с концентрированием.

2. Предел обнаружения 0,0005 мкг в анализируемом объеме.

3. Предел обнаружения 0,005 мг/м^3(при отборе 50 л воздуха)

4. Погрешность определения ± 2,8%

5. Диапазон измеряемых концентраций 0,005 – 5,0 мг/м^3

6. Определению не мешают наполнители технического продукта, гексахлорциклогексан и полихлорпинен.

7. Предельно допустимая концентрация базудина в воздухе 0,2 мг/м^3.

II. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые реактивы и растворы

Стандартный раствор базудина № I, содержащий I00 мкг/мл действующего начала в гексане, метаноле или ацетоне. Устойчив I месяц. Хранят на холоду.

Стандартный раствор базудина № 2, 3, 4, 5, 6, содержащий I0; I,0; 0,5; 0,I; 0,05 мкг/мл действующего начала, готовят соответствующим разбавлением гексаном, метанолом или ацетоном стандартного раствора № I.

Диэтиловый эфир, медицинский для наркоза, ГОСТ 6265-52

Метанол ч.д.а., ГОСТ 6995-67, х.ч.

Ацетон, х.ч., ГОСТ 2603-7I

н-гексан, ТУ 6-09-3375-73, перегнанный

Хроматон *N-AW-HMDS*, фракция 0,I6-0,20 мм.

Силиконовый эластомер *SE* -30 или *XE* -60

Силикагель АСМ, КСК для отбора проб воздуха с величиной зерен 0,7-I,0 мм, обработанный минеральными кислотами, очищенный, проактивированный.

Газообразный азот, водород и воздух в баллонах с редукторами.

9. Применяемые посуда и приборы.

Хроматограф с термионным детектором

Хроматографическая стеклянная колонка, длиной I м и диаметром 3,5 мм.

Аспирационное устройство

Поглотительные приборы с пористой пластинкой № I

Концентрационные трубки, стеклянные, гофрированные. Длина трубок 85-90 мм, с внутренним диаметром - 6 мм, диаметром патрика-I2 мм. Для отбора проб трубки заполняют 3 г силикагеля, с обоих сторон закрывают тампоном из обезжиренной ваты.

Микрошприцы МШ-I0, емкостью I0 мкл.

Ротационный испаритель ИР-I с набором колб емкостью I00-250 мл

Лабораторная стеклянная посуда по ГОСТ I770-74

Линейка и лупа измерительные.

III. Отбор проб воздуха

I0. Воздух аспирируют через трубку с силикагелем со скоростью до 2 л/мин или через поглотительный прибор с 8-I0 мл гексана, метанола или ацетона со скоростью до I л/мин. Поглотительный прибор помещают в сосуд со льдом.

Срок хранения проб на холоду 7 суток.

IУ. Описание определения

II. Хроматографическую колонку с помощью вакуума заполняют готовой насадкой Хроматон N-AW - HMDS, с 5% SE-30 или 5% XE-60. Колонки кондиционируют при 240°С в течение I0 часов в токе азота со скоростью I л/час при отсоединенном детекторе. Общую подготовку прибора проводят согласно инструкции.

Силикагель промывают 20 мл диэтилового эфира или ацетона. Эфир (ацетон) приливают медленно, небольшими порциями. Если для экстракции использовали эфир, то растворитель отгоняют досуха и к сухому остатку приливают I мл н-гексана или ацетона (фаза

SE- 30) или I мл метанола (фаза XE-60).

Если экстракцию проводили ацетоном, то растворитель отгоняют до объема I мл. В случае отбора проб в поглотительный прибор раствор отгоняют также до объема I мл.

В хроматограф вводят через самоуплотняющуюся мембрану 2-4 мкл раствора.

Условия хроматографирования

Длина колонки	I м
Диаметр колонки	3 мм
Твердый носитель	Хроматон N-AW -HMDS
Жидкая фаза	SE-30, XE-60
Температура колонки	I80°C
Температура испарителя	230°C
Скорость потока газа-носителя(азот)	30 мл/мин
Скорость потока воздуха	I5 мл/мин
Скорость потока воздуха	250 мл/мин
Скорость диаграммной ленты	360 мм/час
Объем вводимой пробы	2-4 мкл
Время удерживания: на 5% SE-30	2 мин 48 сек
на 5% XE-60	3 мин I2 сек

Измеряют площади пиков на хроматограммах проб и стандартных растворов базудина. Вычисляют среднее из 5 определений. Количественное определение проводят по соотношению: площадь пика - концентрация стандарта и пробы.

Содержание базудина в мг/м^3 воздуха(X) вычисляют по формуле:

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

$\mathcal{G}$ – количество базудина в стандартном растворе, мкг

$S_{пр}$ – площадь пика пробы, мм^2

$S_{ст}$ – площадь пика стандартного раствора, мм^2

V_1 – общий объем раствора, мл

V – хроматографируемый объем раствора, мл

V_{20} – объем пробы воздуха в л отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям (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