

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ
В ВОЗДУХЕ

Выпуск XVI

**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.,
Набихев М.Н., Дзякова Г.А., Озечкин В.Г.

УТВЕРЖДАЮ

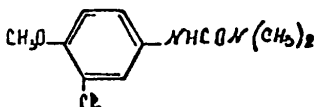
Заместитель Главного государствен-
ного санитарного врача СССР

А.И. ЗАЙЧЕНКО

"23" сентября 1980 г.

№ 223/80

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°C около 678 мг/л, хорошо растворим в органических растворителях. Т.пл. 126–127°C.

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°C, диазотирования последнего с нитритом натрия и сочетания солей, производных фенилдиазония с 1-нафтолом.

2. Предел обнаружения 1 мкг в анализируемом объеме раствора.
3. Предел обнаружения в воздухе 0,05 мг/м³ (при отборе 100л).
4. Погрешность определения $\pm 20\%$.
5. Диапазон измеряемых концентраций 0,05- 10 мг/м³
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 1 мг/м³.

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°C в течение 6 часов.

Крахмал растворимый, х.ч., ГОСТ 10163-62. Готовят 11% 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

Пластика 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 90-90 мл 1% раствора крахмала, тщательно растирают до образования однородной массы. Приготовленные пластинки сушат на воздухе в течение 12-16 часов и хранят в эксикаторе.

III. 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.

IV. 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 линии фронта растворителя и оставляют на несколько минут на воздухе для испарения растворителя. Пластинку помещают в сушильный шкаф, нагретый до 160–180°C 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 $0,4 \pm 0,05$.

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:

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

g - 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 проб, $^\circ\text{C}$

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

КОЭФФИЦИЕНТЫ

для приведения объема воздуха к стандартным условиям: температура +20°C 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 | 1,1899 | 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 |
| 3 | 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 |
| 3 | 0,9412 | 0,9464 | 0,9516 | 0,9566 | 0,9618 | 0,9669 | 0,9721 | 0,9773 | 0,9799 | 0,9851 | 0,9902 |
| 3 | 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 | 10 | 11 | 12 |
|-----|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| +34 | 0,9167 | 0,9218 | 0,9268 | 0,9318 | 0,9368 | 0,9418 | 0,9468 | 0,9519 | 0,9544 | 0,9595 | 0,9644 |
| +38 | 0,9049 | 0,9099 | 0,9149 | 0,9198 | 0,9248 | 0,9297 | 0,9347 | 0,9397 | 0,9421 | 0,9471 | 0,9520 |