

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ
В ВОЗДУХЕ

Выпуск XVI

Москва, 1980

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 гигиении труда и профес-
сиональной патологии".

Выпуск XVI

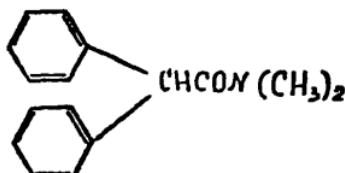
Настоящие методические указания распро-
страняются на определение содержания
вредных веществ в воздухе промышленных
помещений при санитарном контроле.

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

УТВЕРДЛАО

Зам. Главного государственного
санитарного врача СССР*А.И.ЗАЙЧЕНКО*"23" сентября 1980 г.3225-80

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
НА ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИФЕНАМИДА
В ВОЗДУХЕ



М.м. 239,3

Дифенамид (синоним: димил, дифениламид, инид) является гербицидом корневого действия.

Действующее вещество: N,N -диметилдифенилакетамид (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

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

2. Предел обнаружения 1 мкг в анализируемом объеме.

3. Предел обнаружения в воздухе 0,01 мг/м³ (при отборе 100 л воздуха).

4. Погрешность определения $\pm 8\%$.

5. Диапазон измеряемых концентраций 0,5 – 10 мг/м³.

6. Определению не мешают дифенилуксусная кислота, дихлорфенил-этilen, другие амиды.

7. Предельно допустимая концентрация дифенамида в воздухе 5 мг/м³.

II. Реактивы и аппаратура.

8. Применяемые реагенты 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

Амилак, ГОСТ 3760-64, 25%-ный раствор

Спирт этиловый, ГОСТ 5963-67

Алミニум окись для хроматографии II ст активности, ч, МРТУ-6-09-5296-68

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

Бисмут (III) азотнокислый ГОСТ 4110-62;

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

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

Халкадиистый 4232-65

Калий марганцовокислый ГОСТ 204890-75

Кислота серная ГОСТ 4204-77

Произвляющий реактивы:

- № 1 10%-ный спиртовый раствор фосфорно-молибденовой кислоты;
- № 2 (реактив Драгендорфа) - к раствору 850 мг азотнокислого калия в 40 мл воды и 10 мл уксусной кислоты прибавляют раствор 8 г иодистого калия в 20 мл воды. Для проявления хроматограмм 8 мл этого раствора разбавляют 2 мл уксусной кислоты и 10 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

Микроприц емкостью 10 мл

Ротационный испаритель ИР-1

Насос водоструйный

Воронка ВПС с пористой пластинкой № 2

Склянки с притертными пробками

Колбы грушевидные для отгонки растворителя емкостью 100 мл

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770-74

Пластинка для хроматографирования. Стеклянную пластинку (13x18 см) промытую содой, хромовой смесью, дистиллированной водой, протирают спиртом. Покрывают сорбционной массой, для приготовления которой (6-7 пластинок) смешивают 14 г окиси алюминия, 7 г сернокислого кальция и 60 мл воды в фарфоровой ступке, тщательно перемешивают до образования однородной суспензии. На пластинку равномерно наносят 10 г сорбционной массы. Пластинку сушат на воз-

духе 16-18 часов, активируют в сушильном шкафу в течение 2 час при температуре 100-110°C, хранят в эксикаторе.

III. Отбор проб воздуха

10. Воздух со скоростью 4-5 л/мин аспирируют через воронку ВПС. Для определения 1/2 предельно допустимой концентрации достаточно отобрать 0,4 л воздуха. Срок хранения отобранных проб трое суток.

IV. 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 пластиинки наносят по 10 мкг исследуемого и стандартных растворов № 2, 3, 4, I, 5, 6 - содержание дифенамида в стандартах составляет соответственно I, 3, 5, 10, 15, 20 мкг. Пластиинку помещают в хроматографическую камеру, в которую за 30 мин до хроматографирования налит подвижный растворитель - гексан, ацетон, амиак в соотношении 10:5:0,8 в таком количестве, чтобы пластиинка погружалась не более чем на 0,5 см.

После того, как подвижный растворитель поднимется на 10 см, пластиинку вынимают из камеры, отмечают линию фронта растворителя, подсушивают на воздухе в вытяжном шкафу. Орошают последовательно пластиинку проявляющими реактивами № I, 2, 3.

Величина R_f дифенамида $0,5 \pm 0,03$. Окраска пятен устойчива 10-15 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/м³ воздуха (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{S_{\kappa} \cdot \mathcal{G} \cdot \mathcal{V}_1}{S_{\text{ст}} \cdot \mathcal{V} \cdot \mathcal{V}_{20}}, \text{ где}$$

$S_{\kappa}, S_{\text{ст}}$ - площади пятен соответственно исследуемого и стандартного растворов, мм²

\mathcal{G} - содержание дифенамида в анализируемом объеме, мкг

\mathcal{V} - общий объем пробы, мкл

\mathcal{V} - объем пробы, взятый для анализа, мкл

\mathcal{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, $^{\circ}\text{C}$

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

КОЭФФИЦЕНТЫ

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

C	Давление Р, кПа										
	97,33	97,86	98,4	98,93	99,46	100	100,53	101,06	101,33	101,66	102,40
0	I,1582	I,1646	I,1709	I,1772	I,1836	I,1699	I,1963	I,2026	I,2058	I,2122	I,2185
1	I,1393	I,1456	I,1519	I,1581	I,1644	I,1705	I,1768	I,1831	I,1862	I,1925	I,1986
2	I,1212	I,1274	I,1336	I,1396	I,1458	I,1519	I,1581	I,1643	I,1673	I,1735	I,1795
3	I,1036	I,1097	I,1158	I,1218	I,1278	I,1338	I,1399	I,1460	I,1490	I,1551	I,1611
4	I,0866	I,0926	I,0986	I,1045	I,1105	I,1164	I,1224	I,1284	I,1313	I,1373	I,1432
5	I,0701	I,0760	I,0819	I,0877	I,0936	I,0994	I,1053	I,1112	I,1141	I,1200	I,1258
	I,0540	I,0599	I,0657	I,0714	I,0772	I,0829	I,0887	I,0945	I,0974	I,1032	I,1099
	I,0385	I,0442	I,0499	I,0556	I,0613	I,0669	I,0726	I,0784	I,0812	I,0869	I,0925
	I,0309	I,0366	I,0423	I,0477	I,0535	I,0591	I,0648	I,0705	I,0733	I,0789	I,0846
	I,0234	I,0291	I,0347	I,0402	I,0459	I,0514	I,0571	I,0627	I,0655	I,0712	I,0767
	I,0087	I,0143	I,0198	I,0253	I,0309	I,0363	I,0419	I,0475	I,0502	I,0557	I,0612
6	0,9944	0,9999	I,0054	I,0108	I,0162	I,0216	I,0272	I,0326	I,0353	I,0407	I,0462
7	0,9806	0,9860	0,9914	0,9967	I,0021	I,0074	I,0128	I,0183	I,0209	I,0263	I,0316
8	0,9671	0,9725	0,9778	0,9830	0,9884	0,9936	0,9989	I,0043	I,0069	I,0122	I,0175
9	0,9605	0,9658	0,9711	0,9763	0,9816	0,9868	0,9921	0,9974	I,0000	I,0053	I,0105
10	0,9539	0,9592	0,9645	0,9696	0,9749	0,9800	0,9853	0,9906	0,9932	0,9985	I,0036
11	0,9475	0,9527	0,9579	0,9631	0,9683	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	0,9917	0,9968
12	0,9412	0,9464	0,9516	0,9566	0,9618	0,9669	0,9721	0,9773	0,9799	0,9851	0,9902
13	0,9349	0,9401	0,9453	0,9503	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785	0,9836
14	0,9288	0,9339	0,9391	0,9440	0,9492	0,9542	0,9594	0,9645	0,9670	0,9723	0,9772

I	II	2	III	3	IV	5	VI	7	VII	8	VIII	9	VII	10	VII	II	VII	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