

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.И., Дьякова Г.А., Озечкин В.Г.

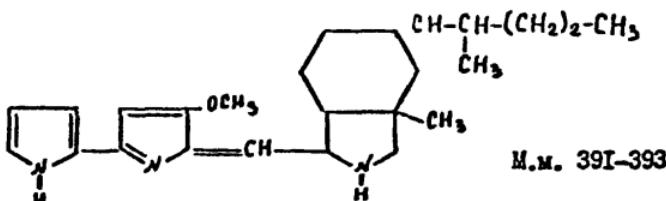
УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного государственного  
санитарного врача СССР*А.И. ЗАЙЧЕНКО*"23" *октября* 1980 г.

№ 2219-80

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
НА ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВИТАМИНИНА  
В ВОЗДУХЕ.

## Структурная формула



Витамин А- соединение, образуемое актиномицетом оранжевой группы *Lst angcoverticillatus*, является основным действующим началом препарата витамина 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 витамина в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зоны локализации препарата в виде розовых пятен.

2. Предел обнаружения 0,01 мг в анализируемом объеме.
3. Предел обнаружения 0,0002 мг/м<sup>3</sup> (при отборе 50 л воздуха)
4. Погрешность определения  $\pm 15\%$

5. Диапазон измеряемых концентраций 0,0002 - 3 мг/м<sup>3</sup>.
6. Наполнители технического препарата не мешают определению.
7. Предельно допустимая концентрация в воздухе - 0,01 мг/м<sup>3</sup>.

II. Реактивы и аппаратура.

8. Применяемые реактивы и растворы.

Витамин А , х.ч.

Стандартный раствор № I, содержащий 40 мкг/мл анализируемого соединения, готовят растворением 0,002 г витамина 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 215-74

Метанол х.ч., ГОСТ 6995-67

Ацетон ГОСТ 2603-71.

9. Применяемые приборы и посуда.

Аспирационное устройство

Воронки делительные ГОСТ 8613-64

Колбы грушевидные емкостью 25 мл ГОСТ 10394-63

Хроматографические камеры

Хроматографические пластинки типа "Силуфол".

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

Ротационный испаритель ИР-1.

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770-74.

### 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.

### IV. Описание определения.

II. Фильтр переносят в делительную воронку на 25 мл., заливают 10 мл этилового спирта и экстрагируют 10 минут, сливают экстракт в грушевидную колбу для отгонки, откисая 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 витамина с различным содержанием (0,04-0,16 мкг анализируемого соединения). Пластинку помещают в хроматографическую камеру, в которую за 30 мин до хроматографирования наливают подвижный растворитель - хлороформ; метanol 9:1, в таком количестве, чтобы пластиинка погружалась не более чем на 0,5 см.

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

Содержание витамина определяют по нижнему пятну, величина  $k_f$  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 витамина в  $\text{мг}/\text{м}^3$  воздуха ( $X$ ) вычисляют по формуле:

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

$g$  - количество витамицина в стандарте, в мкг

$f_x$  - площадь пятка пробы,  $\text{мм}^2$ ,

$f_{cm}$  - площадь пятна стандарта,  $\text{мм}^2$ ,

$V_{20}$  - 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)

$t^\circ$  - 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
J	I,1582	I,1646	I,1709	I,1772	I,1836	I,1699	I,1963	I,2026	I,2058	I,2122	I,2185
6	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
D	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
J	0,9944	0,9999	I,0054	I,0108	I,0162	I,0216	I,0272	I,0326	I,0353	I,0407	I,0462
1	0,9806	0,9860	0,9914	0,9967	I,0021	I,0074	I,0128	I,0183	I,0209	I,0263	I,0316
3	0,9671	0,9725	0,9778	0,9830	0,9884	0,9936	0,9989	I,0043	I,0069	I,0122	I,0175
J	0,9605	0,9658	0,9711	0,9763	0,9816	0,9868	0,9921	0,9974	I,0000	I,0053	I,0105
Z	0,9539	0,9592	0,9645	0,9696	0,9749	0,9800	0,9853	0,9906	0,9932	0,9985	I,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
J	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