

Измерение концентрации версамида стеариновой кислоты (ВСК) методом тонкослойной хроматографии в воздухе рабочей зоны

**Государственное санитарно-эпидемиологическое
нормирование Российской Федерации**

УТВЕРЖДЕНО

Председатель Госкомсанэпиднадзора России
Главный государственный санитарный врач
Российской Федерации

Е.Н. Беляев

8 июня 1996 г.

МУК 4.1.0.414-96

Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентрации версамида стеариновой кислоты (ВСК) методом тонкослойной хроматографии в воздухе рабочей зоны

М. м. 636,12

Основные физико-химические свойства вещества: мелкокристаллический порошок светло-желтого цвета. Т_{пл.} - 87 - 89 °С. Растворим в диметилформамиде, диметилсульфоксиде, хлороформе; ограниченно растворим в воде, этаноле. Давление паров при 20 °С - 528 Па (4 мм рт. ст.), при 70 °С - 954 Па (7 мм рт. ст.).

В воздухе находится в виде аэрозоля.

Версамид стеариновой кислоты является малотоксичным препаратом (IV класс опасности).

На коже, в местах нанесения эмульсии версамида стеариновой кислоты, не наблюдалось покраснений, либо шелушений.

ОБУВ в воздухе - 10 мг/м³.

Характеристика метода

Метод основан на хроматографическом выделении версамида стеариновой кислоты в тонком слое сорбента с последующим проявлением хроматограмм водно-ацетоновым раствором нитрата серебра и бром-фенолового синего, либо хлорированием препарата с последующей реакцией с о-толидином.

Отбор проб проводится с концентрированием (бумажный фильтр «синяя лента», хлороформ).

Предел измерения вещества в анализируемом объеме пробы - 5 мкг.

Предел измерения в воздухе - 1 мг/м³.

Диапазон измеряемых концентраций в воздухе - от 1 до 10 мг/м³.

Определению не мешают исходные продукты синтеза.

Граница суммарной погрешности измерения - ± 18,5 %.

Время выполнения анализа, включая отбор проб, - 2,5 ч.

Реактивы, растворы и материалы

| | |
|----------------------------------|-------------------|
| Ацетон ос. ч. | ГОСТ 2603-79 |
| н-Гексан, ос. ч. | ТУ 6-09-3375-75 |
| Хлороформ, х. ч. | ГОСТ 20015-74 |
| Сульфат натрия безводный, ч. | ГОСТ 4166-76 |
| Бромфеноловый синий, ч. д. а. | ТУ 6-09-1058-76 |
| Уксусная кислота ледяная, ос. ч. | ГОСТ 18270-72 |
| Азотнокислое серебро, ч. д. а. | ГОСТ 1277-75 |
| Соляная кислота х. ч. | ГОСТ 3118-77 |
| Калия перманганат, ч. д. а. | ГОСТ 20490-75 |
| о-Толидин | МРТУ 6-09-6337-69 |

| | |
|---|-----------------|
| Фильтры бумажные безводные «синяя лента» | ТУ 6-09-1678-77 |
| Пластинки для ТСХ «Силуфол» размером 150 ´ 150 мм, (ЧСФР) | |
| Калий йодистый | ГОСТ 4232-63 |
| Углерод четыреххлористый | ГОСТ 5827-68 |

Подвижная фаза: гексан-ацетон (2:1)

Проявляющий реактив № 1: готовят 0,5 %-ный водно-ацетоновый (1:3) раствор AgNO_3 и 0,5 %-ный раствор бромфенолового синего в ацетоне. Затем раствор бромфенолового синего разбавляют раствором азотнокислого серебра до объема 100 мл.

Проявляющий реактив № 2: 160 г толидина растворяют в 30 мл ледяной уксусной кислоты и 500 мл дистиллированной воды и прибавляют 1 г K_1 .

Раствор для хлорирования: смешивают равные объемы 3 %-ного раствора перманганата калия и 12 %-ного раствора соляной кислоты в четыреххлористом углероде, фильтруют через бумажный фильтр, хранят в холодильнике.

Стандартный раствор версамида стеариновой кислоты с концентрацией 100 мкг/мл готовят растворением 10 мг препарата в мерной колбе с притертой пробкой в 100 мл хлороформа. Хранят в холодильнике не более 1 месяца.

Приборы, аппаратура, посуда

| | |
|---|------------------|
| Электроаспиратор для отбора проб воздуха | ТУ 64-1-862-77 |
| Весы аналитические ВЛА-200М | |
| Фильтродержатели | |
| Склянка для промывания и очистки газов (склянка Дрекслея) | ТУ 25-11-1062-75 |
| Ротационный вакуумный испаритель для отгонки растворителей ИР- IM | ТУ 25-11-917-74 |
| Водяная баня | ТУ 64-1-425-72 |
| Колбы конические, вместимостью 100 мл | ГОСТ 10394-72 |
| Колбы грушевидные | ГОСТ 10394-72 |
| Воронки химические, диаметром 6 см | ГОСТ 8613-75 |
| Колбы мерные, вместимостью 25 мл | ГОСТ 1770-74 |
| Пипетки, вместимостью 0,1 и 1 мл | ГОСТ 1770-74 |
| Цилиндры мерные, вместимостью 50 мл | ГОСТ 1770-74 |
| Камера хроматографическая | ГОСТ 10565-75 |
| Пulверизатор | ГОСТ 10591-74 |

Проведение измерения

Условия отбора проб воздуха. Воздух с объемным расходом 0,5 л/мин последовательно аспирируют через помещенный в фильтродержатель бумажный фильтр «синяя лента» и склянку Дрекслея, содержащую 100 мл хлороформа. Для определения 1/2 ОБУВ отбирают не более 5 л воздуха. Длительность хранения пробы в холодильнике - не более 5 суток.

Условия анализа. Бумажный фильтр, содержащий аэрозоль, из фильтродержателя помещают в коническую колбу и заливают 25 мл хлороформа. Экстрагируют пестицид из фильтра в течение 1 ч. Экстракцию повторяют дважды. Объединенный экстракт сушат безводным сульфатом натрия (5 - 10 г) и сливают в колбу для отгонки растворителя. Хлороформ из поглотителя переносят в коническую колбу, сушат безводным сульфатом натрия и сливают в колбу для отгонки растворителей. Отгоняют растворитель на ротационном испарителе до объема ~ 0,2 мл. Подготовленную пробу количественно наносят на хроматографическую пластинку «Силуфол». На эту же пластинку наносят 5, 10 и 20 мкг версамида стеариновой кислоты и проводят хроматографирование в системе растворителей гексан-ацетон (2:1) в камере, насыщенной парами подвижных растворителей. После поднятия фронта растворителя на 10 см пластинку вынимают и сушат на воздухе. Для обнаружения версамида стеариновой кислоты (ВСК) пластинку обрабатывают проявляющим реактивом № 1 на основе бромфенолового синего. Препарат проявляется в виде желтого пятна, $R_f = 0,61$. В случае использования проявляющего реактива № 2 (о-толидин) необходимо предварительно провести хлорирование. Хроматограмму помещают в эксикатор, содержащий раствор для хлорирования, на 3 - 6 мин, после чего сушат при комнатной температуре 10 мин и опрыскивают раствором о-толидина. Версамид стеариновой кислоты обнаруживается в виде темно-синих пятен, $R_f = 0,61$.

Количество препарата в пробе определяют сравнением интенсивности окраски и площади пятен пробы и стандартного раствора. Зависимость величины площади пятна от концентрации соблюдается в интервале концентраций от 1 до 20 мкг. Если содержание препарата в пробе превышает верхнюю границу диапазона, то для нанесения на пластинку необходимо брать аликвотную часть экстракта параллельной пробы.

Расчет концентрации

Концентрацию версамида (С) в воздухе (мг/м³) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \cdot g}{b \cdot V}, \text{ где}$$

а - количество препарата, найденного в хроматографическом объеме пробы, мкг;

б - общий объем пробы, мл;

в - объем пробы, взятой для хроматографирования, мл;

V - объем воздуха, отобранного для анализа и приведенного к стандартным условиям, л (см. приложение 1).

Методические указания разработаны УкрНИИГинтокс, г. Киев.

Приложение 1

Приведение объема воздуха к стандартным условиям (температура 20 °С и давление 760 мм рт. ст.)

проводят по формуле

$$V_{20} = \frac{V + (273 + 20) \cdot P}{(273 + t) \cdot 101,33}, \text{ где}$$

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, °С.

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

Приложение 2

Коэффициенты для приведения объема воздуха к стандартным условиям

| °С | Давление P, кПа/мм рт. ст. | | | | | | | | | |
|-----|----------------------------|-----------|----------|-----------|-----------|---------|------------|------------|------------|------------|
| | 97,33/730 | 97,86/734 | 98,4/738 | 98,93/742 | 99,46/746 | 100/750 | 100,53/754 | 101,06/758 | 101,33/760 | 101,86/764 |
| -30 | 1,1582 | 1,1646 | 1,1709 | 1,1772 | 1,1836 | 1,1899 | 1,1963 | 1,2026 | 1,2058 | 1,2122 |
| -26 | 1,1393 | 1,1456 | 1,1519 | 1,1581 | 1,1644 | 1,1705 | 1,1768 | 1,1831 | 1,1862 | 1,1925 |
| -22 | 1,1212 | 1,1274 | 1,1336 | 1,1396 | 1,1458 | 1,1519 | 1,1581 | 1,1643 | 1,1673 | 1,1735 |
| -18 | 1,1036 | 1,1097 | 1,1158 | 1,1218 | 1,1278 | 1,1338 | 1,1399 | 1,1460 | 1,1490 | 1,1551 |
| -14 | 1,0866 | 1,0926 | 1,0986 | 1,1045 | 1,1105 | 1,1164 | 1,1224 | 1,1284 | 1,1313 | 1,1373 |
| -10 | 1,0701 | 1,0760 | 1,0819 | 1,0877 | 1,0986 | 1,0994 | 1,1053 | 1,1112 | 1,1141 | 1,1200 |
| -6 | 1,0540 | 1,0599 | 1,0657 | 1,0714 | 1,0772 | 1,0829 | 1,0887 | 1,0945 | 1,0974 | 1,1032 |
| -2 | 1,0385 | 1,0442 | 1,0499 | 1,0556 | 1,0613 | 1,0669 | 1,0726 | 1,0784 | 1,0812 | 1,0869 |
| 0 | 1,0309 | 1,0366 | 1,0423 | 1,0477 | 1,0535 | 1,0591 | 1,0648 | 1,0705 | 1,0733 | 1,0789 |
| +2 | 1,0234 | 1,0291 | 1,0347 | 1,0402 | 1,0459 | 1,0514 | 1,0571 | 1,0627 | 1,0655 | 1,0712 |
| +6 | 1,0087 | 1,0143 | 0,0198 | 1,0253 | 1,0309 | 1,0363 | 1,0419 | 1,0475 | 1,0502 | 1,0557 |
| +10 | 0,9944 | 0,9999 | 0,0054 | 1,0108 | 1,0162 | 1,0216 | 1,0272 | 1,0326 | 1,0353 | 1,0407 |
| +14 | 0,9806 | 0,9860 | 0,9914 | 0,9967 | 1,0027 | 1,0074 | 1,0128 | 1,0183 | 1,0209 | 1,0263 |
| +18 | 0,9671 | 0,9725 | 0,9778 | 0,9830 | 0,9884 | 0,9936 | 1,9989 | 1,0043 | 1,0069 | 1,0122 |
| +20 | 0,9605 | 0,9658 | 0,9711 | 0,9783 | 0,9816 | 0,9868 | 0,9921 | 0,9974 | 1,0000 | 1,0053 |
| +22 | 0,9539 | 0,9592 | 0,9645 | 0,9696 | 0,9749 | 0,9800 | 0,9853 | 0,9906 | 0,9932 | 1,9985 |
| +24 | 0,9475 | 0,9527 | 0,9579 | 0,9631 | 0,9683 | 0,9735 | 0,9787 | 0,9839 | 0,9865 | 1,9917 |
| +26 | 0,9412 | 0,9464 | 0,9516 | 0,9566 | 0,9618 | 0,9669 | 0,9721 | 0,9773 | 0,9799 | 1,9851 |
| +28 | 0,9349 | 0,9401 | 0,9453 | 0,9503 | 0,9555 | 0,9605 | 0,9657 | 0,9708 | 0,9734 | 1,9785 |
| +30 | 0,9288 | 0,9339 | 0,9391 | 0,9440 | 0,9432 | 0,9542 | 0,9594 | 0,9645 | 0,9670 | 0,9723 |
| +34 | 0,9167 | 0,9218 | 0,9268 | 0,9318 | 0,9368 | 0,9418 | 0,9468 | 0,9519 | 0,9544 | 0,9595 |
| +38 | 0,9049 | 0,9099 | 0,9149 | 0,9199 | 0,9248 | 0,9297 | 0,9347 | 0,9397 | 0,9421 | 0,9471 |

Приложение 3

Рис. 1

Ловушка-концентратор.

Общий вид.

Рис. 2

Ловушка-концентратор.

Приложение 4

Вещества, определяемые по ранее утвержденным методическим указаниям

| Название вещества | Методические указания |
|---|--|
| 1. Аммоний винно-кислый кислый | Методические указания на фотометрическое определение аммиака: Сб. МУ в. 1 - 5. - М., 1981. - 58 с. |
| Аммоний винно-кислый | К = 9,82 Методические указания на фотометрическое определение аммиака: Сб. МУ в. 1 - 5. - М., 1981 - 58 с. |
| 2. Калий винно-кислый | К = 5,41 Методические указания по измерению концентраций сульфата калия, калийной магнезии и хлорида калия в воздухе рабочей зоны: Сб. МУ, в. 22. - М., 1988 - 182 с. |
| Калий виннокислый кислый | |
| 3. Калий сурьмоксид винно-кислый | К = 2,9 и 4,82 Методические указания по полярографическому измерению концентраций сурьмы в воздухе рабочей зоны: Сб. МУ, в. 8. - М., 1983. - 90 с. |
| 4. Натрий винно-кислый кислый | К = 2,66 Методические указания по измерению концентраций натрия сульфата в воздухе рабочей зоны методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии: Сб. МУ, в. 21. - М., 1986 - 135с. |
| Натрий винно-кислый | К = 7,48 Методические указания по измерению концентраций натрия сульфата в воздухе рабочей зоны методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии: Сб. МУ, в. 21. - М., 1986 - 135 с. |
| Калий-натрий винно-кислый | К = 4,22 Методические указания по измерению концентраций натрия сульфата в воздухе рабочей зоны методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии: Сб. МУ, в. 21. - М., 1986. - 135 с. |
| 5. Полиметилмочевина | К = 3,39 Методические указания по гравиметрическому определению пыли в воздухе рабочей зоны и в системах вентиляционных установок: Сб. МУ, в. 1 - 5. - М., 1981. - 235 с. |
| 6. Трифторметансульфофторид (фторангидрид трифторметан сульфокислоты) | Методические указания на фотометрическое определение фторорганических соединений: Сб. МУ, в. 1 - 5. - М. 1981. - 187 с. |
| 7. Хлоргидрат изоникотиновой кислоты | К = 2 Методические указания на фотометрическое определение диэтиламина в воздухе: Сб. МУ, в. 1 - 5. - М., 1981. - 123 с. Отбор проб на фильтр со скоростью 2 л/мин. |