

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 гигиене при проблемной комиссии
"Научные основы гигиены 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.

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР

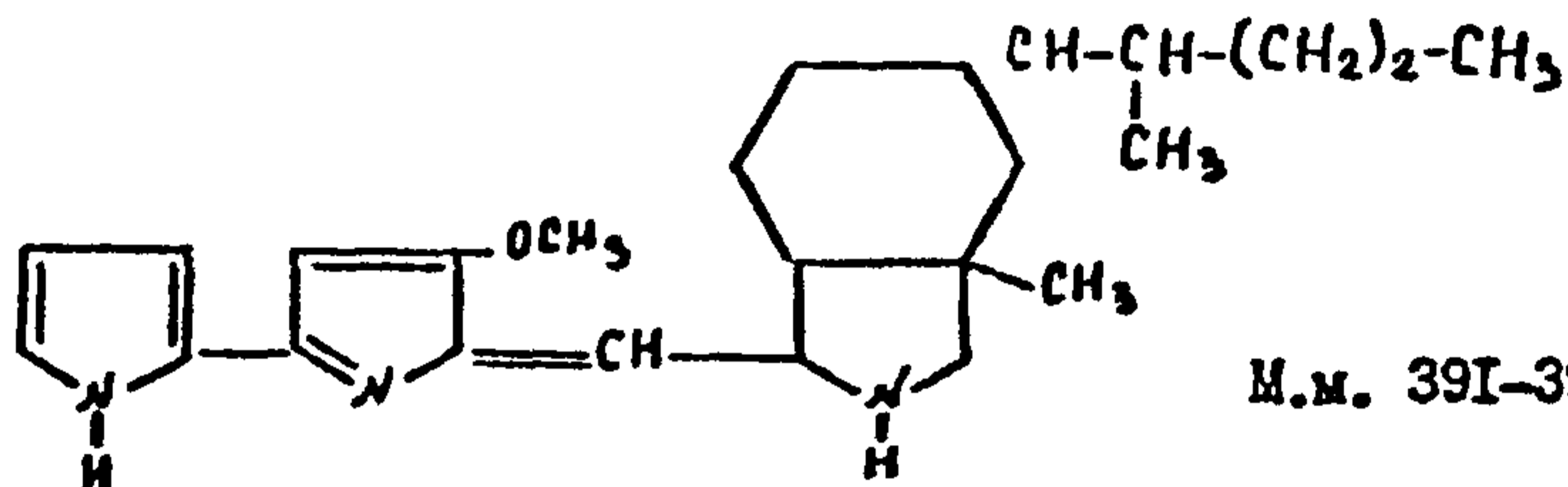
А.И. ЗАЙЧЕНКО

"23" сентября 1980 г.

№ 2219-80

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
НА ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВИТАМИНА
В ВОЗДУХЕ.

Структурная формула



Витамин А- соединение, образуемое актиномицетом оранжевой группы *Act. ancoverticillatus*, 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.

1. Определение основано на хроматографировании витамина в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зоны локализации препарата в виде розовых пятен.

2. Предел обнаружения 0,01 мкг в анализируемом объеме.

3. Предел обнаружения 0,0002 мкг/м³ (при отборе 50л воздуха)

4. Погрешность определения $\pm 15\%$

5. Диапазон измеряемых концентраций $0,0002 - 3 \text{ мкг/м}^3$.
6. Наполнители технического препарата не мешают определению.
7. Предельно допустимая концентрация в воздухе $- 0,01 \text{ мкг/м}^3$.

II. Реактивы и аппаратура.

8. Применяемые реактивы и растворы.

Витамин А, х.ч.

Стандартный раствор № 1, содержащий 40 мкг/мл анализируемого соединения, готовят растворением $0,002 \text{ г}$ 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 № 1. 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 $70 \times 50 \text{ мм}$ 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.

11. Фильтр переносят в делительную воронку на 25 мл., заливают 10 мл этилового спирта и экстрагируют 10 минут, сливают экстракт в грушевидную колбу для отгонки, отжимая 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 налит подвижный растворитель - хлороформ; метанол 9:1, в таком количестве, чтобы пластинка погружалась не более чем на 0,5 см.

После подъема фронта растворителя на высоту 6 см пластинку 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 таутомерной структурой.

Содержание витамина определяют по нижнему пятну, величина R_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 мг/м³ воздуха (X) вычисляют по формуле:

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

g - количество витамина в стандарте, в мкг

f_x - площадь пятна пробы, мм²,

f_{cm} - площадь пятна стандарта, мм²,

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, °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.

К О Э Ф Ф И Ц Е Н Т Ы

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

С	Давление P, кПа										
	97,33	97,86	98,4	98,93	99,46	100	100,53	101,06	101,33	101,66	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	1,1059
	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