

**УТВЕРЖДАЮ**

2004  
Главный государственный  
санитарный врач  
Республики Беларусь  
Иванов П. И.  
"3" июля 1996 г.  
№ 1/01-02/01-96



**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ДИМЕТИЛФОРМАМИДА В ВЫТЯЖКАХ  
(ПОВОЯЯ ЖИДКОСТЬ) ИЗ ВОЛОКНА "НИТРОН Д" МЕТОДОМ  
ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ**

Настоящие методические указания предназначены для учреждений санэпиднадзора Министерства здравоохранения Республики Беларусь и заводских лабораторий.

**1. Краткая характеристика препарата**

**1.1. Физико-химическая характеристика препарата**

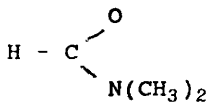
Химическое название по номенклатуре:

ИСО - N,N-диметилформамид

ИЮПАК - диметиламид муравьиной кислоты

Брутто-формула -  $(\text{CH}_3)_2\text{NCOH}$

Структурная формула:



Молекулярная масса - 73,09. Бесцветная подвижная жидкость со слабым специфическим запахом.

Температура кипения -  $153,0^{\circ}\text{C}$ . Хорошо растворим в воде, этаноле, эфире, ацетоне, бензоле, толуоле, четыреххлористом углероде. Плотность  $0,9445 \text{ г/см}^3$ .

Применяется как растворитель полиакрилонитрила, в производстве синтетических волокон и при синтезе ряда органических соединений.

## 1.2. Гигиенические нормативы диметилформаида

**ПРЕДЕЛЬНО ДОПУСТИМАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ** диметилформаида в воде хозяйственно-питьевого и культурно-бытового назначения составляет 10,0 мг/дм<sup>3</sup>.

## 2. Основные положения

### 2.1. Принцип метода

Метод основан на хроматографировании анализируемой вытяжки волокна на приборе, оснащенном пламенно-ионизационным детектором, при использовании хроматографической колонки с неподвижной фазой ПЭГ-20М.

### 2.2. Метрологическая характеристика метода

Нижний предел обнаружения, мкг .....	0,01
Диапазон определяемых концентраций, мг/дм <sup>3</sup> ..	5,0-200
Среднее значение определения, % .....	94,9
Доверительный интервал среднего значения определения при $p=0.95$ и $n=6$ .....	2,4
Стандартное отклонение, S .....	0,57
Относительное стандартное отклонение, % .....	5,10

## 3. Реактивы и растворы

Диметилформаид, ч., ГОСТ 20289-74

Инертон AW-DMCS (зернение 0,20-0,25 мм), пропитанный полиэтиленгликолем 20М в количестве 10% от веса твердого носителя.

Азот газообразный, осч, ГОСТ 9293-74

Аммоний хлористый, хч, ГОСТ 3773-72

Натрий хлористый, чда, ГОСТ 4233-77

Натрий сернокислый, безводный, ч, ГОСТ 4166-76

Калий хлористый, чда, ГОСТ 4234-77

Молочная кислота, чда, ТУ 6-09-135-75

Мочевина, чда, ГОСТ 6691-77

### **3.1 Приборы, аппаратура, посуда**

Газовый хроматограф с пламенно-ионизационным детектором

Колонка хроматографическая стеклянная (200 x 0,3 см)

Микрошприц, МШ-10, ТУ 2.833.106

Пробирки вместимостью 5 см<sup>3</sup> с пришлифованными пробками, ГОСТ 1770-74

Пипетки, вместимостью 1, 2, 5, 10 см<sup>3</sup>, ГОСТ 20292-74

Колбы мерные, вместимостью 50 и 100 см<sup>3</sup>, ГОСТ 1770-74

Вакуумный водоструйный насос, ГОСТ 25336-82

### **4. Отбор проб**

Для исследования отбирается средняя проба волокна, из которой берется не менее трех навесок. Порядок составления этой пробы зависит от величины партии волокна. На основании результатов исследования средней пробы делается вывод о всей партии волокна.

Под партией волокна понимается любое количество его одной категории, оформленное одним техническим регламентом.

Для составления средней пробы отбираются отдельные выемки волокна весом 10 г в нескольких (3-4) местах его хранения, помещаются в полиэтиленовый мешок, который завязывается. По мере возможности проба перемешивается, путем перетирания в пакете. Из полученной средней пробы берутся навески для лабораторных исследований. Для взвешивания и анализа пробы волокна нарезается ножницами на более мелкие частицы.

### **5. Подготовка к определению**

#### **5.1 Приготовление хроматографической колонки**

Стеклянную колонку (200 x 0,3 см) заполняют под вакуумом готовой хроматографической насадкой (Инертон АW-DMCS с 10% ПЭГ-20М) и кондиционируют при 180<sup>0</sup>С в течение 10 часов в токе азота, не подсоединяя к детектору. По окончании кондиционирования колонку подключают к детектору хроматографа и готовят прибор к работе согласно инструкции по его эксплуатации.

## **5.2 Приготовление стандартных и градуировочных растворов**

Для приготовления основного стандартного раствора диметилформамида с концентрацией  $37,78 \text{ мкг/см}^3$  с помощью микрошприца МШ-10 набирают 4,0 мкл чистого диметилформамида и вносят в мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$  с шлифованной пробкой (предварительно в колбу наливают на 1/2 ее объема наливают дистиллированную воду). Затем объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.

Градуировочные растворы диметилформамида с концентрациями 5,0; 10,0; 20,0  $\text{мкг/см}^3$  готовят разбавлением основного стандартного раствора дистиллированной водой.

Хранят в холодильнике, Растворы устойчивы в течение 3-х недель.

## **5.3. Приготовление модельной среды**

Для приготовления модельной среды, имитирующей потовую жидкость, в мерную колбу ( $1000 \text{ см}^3$ ) вносят 4,5 г хлорида натрия; 0,3 г хлорида калия; 0,3 г сульфата натрия; 0,4 г хлорида аммония; 0,2 г мочевины и 3,0 г молочной кислоты и  $500 \text{ см}^3$  дистиллированной воды. Встряхиванием растворяют смесь реактивов, а затем доводят дистиллированной водой до метки.

## **5.4. Приготовление вытяжки волокна в модельную среду**

5,0 г пробы волокна помещают в стеклянную емкость на  $100 \text{ см}^3$ , заливают модельной средой (потовая жидкость) в количестве  $50,0 \text{ см}^3$  (в соотношении 1:10) и выдерживают при температуре  $37^\circ\text{C}$  в течение 6 часов. После чего пробу отфильтровывают через бумажный фильтр в другую емкость на  $100 \text{ см}^3$ . Проба может храниться в холодильнике 3-4 дня.

## **6. Проведение определения**

Аликвоту (2 мкл) отфильтрованной пробы вытяжки волокна вводят в испаритель хроматографа. В качестве контроля хроматографируют раствор модельной среды.

Хроматографический анализ проб осуществляют на газовом хроматографе с использованием пламенно-ионизационного детектора при следую-

щих условиях:

Колонка - стеклянная, длиной 2 м и внутренним диаметром 3 мм.	
Насадка - Инертон АИ-DMCS (зернение 0,20-0,25мм) с 10% ПЭГ-20М	
Температура колонки .....	120 <sup>0</sup> С
Температура испарителя .....	200 <sup>0</sup> С
Скорость потока газа-носителя, азота, осч ....	30 мл/мин
Скорость потока водорода .....	30 мл/мин
Скорость потока воздуха .....	300 мл/мин
Скорость диаграммной ленты .....	600 мм/час
Объем вводимой пробы .....	2 мкл
Время удерживания диметилформаида .....	2 мин 40 сек
Линейный динамический диапазон .....	1000

В этих же условиях хроматографируют аликвоты градуировочных стандартных растворов. Хроматографирование экстрактов и стандартных растворов проводят дважды и вычисляют среднее значение высот пиков (после вычета контроля).

Линейный характер зависимости высоты пика диметилформаида от его содержания сохраняется в диапазоне концентраций 5 - 200 мг/дм<sup>3</sup>.

Расчет концентрации диметилформаида в исследуемой пробе проводят путем сравнения высот пиков анализируемого образца и стандартного раствора.

## 7. Обработка результатов

Концентрацию диметилформаида в исследуемой пробе, модельной среде (X) в мг/дм<sup>3</sup> рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{C \times H_2 \times 100}{H_1 \times V \times R}, \text{ где}$$

C - концентрация диметилформаида в стандартном растворе, мкг/см<sup>3</sup>;

H<sub>1</sub> - высота пика стандартного раствора, мм;

H<sub>2</sub> - высота пика анализируемого раствора, мм;

V - объем исследуемого раствора, взятый для анализа, см<sup>3</sup>.

R - процент определения, равный 94,9

### **8. Требования безопасности**

Необходимо соблюдать все требования безопасности при работе в химических лабораториях с органическими растворителями и токсичными веществами, а также "Правила устройства, техники безопасности, производственной санитарии, противозидемического режима и личной гигиены в лабораториях, отделениях санитарно-эпидемиологических учреждений системы МЗ СССР".- № 2455-81 от 20.10.1981 г.

### **9. Разработчики**

Присмотров Ю.А., Цай Т.В. Белорусский научно-исследовательский санитарно-гигиенический институт. 220012, г.Минск, ул. Ф.Скорины, 8/47, тел. 684375.