

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФОРМАМИДА В ВОЗДУХЕ

Н. И. Осипенко

Научно-исследовательский институт органических полупродуктов и красителей,
Москва

Широкое применение формамида в различных отраслях промышленности, а также изучение его токсических свойств вызвали необходимость разработки метода определения малых количеств этого вещества в воздухе.

Формамид — это амид муравьиной кислоты. Он легко гидролизуетс под действием кислот и оснований с образованием аммиака и муравьиной кислоты.

Для выявления формамида в воздухе Massmann рекомендует метод, основанный на его реакции с гидроксиламином и последующем определении образовавшейся гидроксамовой кислоты солями окисного железа.

Для анализа небольших количеств формамида в воздухе нами были изучены 2 метода: определение его по аммиаку после кислотного гидро-

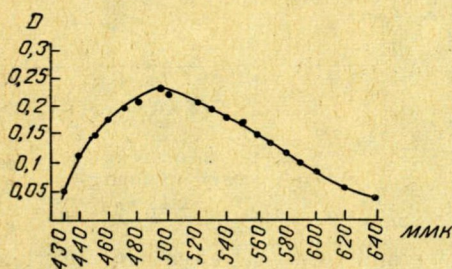


Рис. 1. Спектральная характеристика окрашенного раствора формамида с гидроксиламином и хлорным железом.

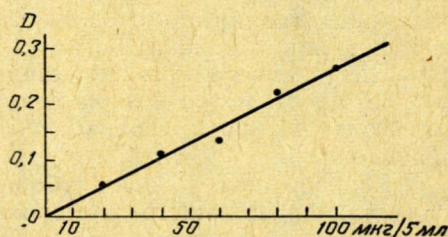


Рис. 2. Градуировочный график $\lambda=495$ мкм.

лиза и по гидроксамовой реакции без гидролитического разложения. Для исследований были приготовлены стандартные растворы формамида в 0,1 н. растворе серной кислоты и в дистиллированной воде. По первому методу были разработаны оптимальные условия гидролитического разложения формамида и последующего определения выделившегося аммиака с реактивом Нesslera. Количественное разложение формамида протекает в 0,1 н. растворе серной кислоты при нагревании в течение 10 мин. в кипящей водяной бане. Применение более концентрированной кислоты ухудшает результаты, так как при нейтрализации щелочью образуется много сульфатов, что приводит к помутнению растворов и затрудняет колориметрирование. Чувствительность определения формамида по аммиаку составляет 3 мкг в анализируемом объеме раствора. Однако исследование формамида по продукту гидролиза аммиаку осложняется тем, что последний содержится в воздухе производственных помещений и особенно затравочных камер. В связи с этим приходится проводить двойной анализ пробы на аммиак до и после гидролиза формамида. Из суммарного содержания аммиака в пробе требуется вычесть количество свободного аммиака; все это осложняет и удлиняет время проведения анализа.

Дальнейшие исследования были посвящены изысканию оптимальных условий определения формамида по гидроксамовой реакции. В связи с тем, что в литературе приводятся различные указания о проведении этой реакции (А. А. Русских; Ю. В. Дюжева; М. Н. Кузьмичева;

Massmann), мы поставили опыты с добавлением различных количеств гидроксилamina и хлорида окисного железа, выявляли влияние нагрева и времени образования гидроксамовой кислоты. Установлено, что для получения гидроксамовой кислоты достаточно прибавить к 3 мл водного раствора формамида 1 мл 10% раствора гидроксилamina и 0,2 мл 1 н. раствора щелочи. Реакция протекает при 15-минутном нагреве на кипящей водяной бане. После охлаждения растворов добавляют по 0,5 мл 10% раствора хлорида окисного железа, приготовленного на 0,1 н. растворе соляной кислоты. При этом растворы окрашиваются от слабо-розового до розового цвета. Контрольная проба окрашена в зеленоватый цвет. Шкала неустойчива, колориметрирование надо проводить через 30 мин.

Спектральная характеристика окрашенного раствора представлена на рис. 1. Из него видно, что максимум светопоглощения лежит при длине волны $\lambda = 495$ мкм. Градуировочный график зависимости оптической плотности окрашенного раствора от концентрации формамида в растворе приведен на рис. 2. Как видно из рисунка, в диапазоне концентраций от 5 до 100 мкг формамида соблюдается закон Бера. Чувствительность определения равна 5 мкг в анализируемом объеме пробы.

Таким образом, по сравнению с методом исследования формамида, рекомендуемым Massmann, вместо стояния в течение часа для получения гидроксамовой кислоты применен нагрев в течение 15 мин. и изменены количества прибавляемых реагентов. Это позволило повысить чувствительность метода определения и ускорить проведение анализа.

Для выявления летучести формамида, полноты его поглощения из воздуха, а также изучения того, в каком агрегатном состоянии он находится в воздухе, создавалась концентрация его паров в камере емкостью 100 л при комнатной температуре и при нагревании до 80—90°. Поглощение проводили в 2 последовательно соединенных поглотительных приборах с пористой пластинкой с 10 мл дистиллированной воды в каждом, а также на фильтр

Поглощение формамида

Номер пробы	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17
В 10 мл смыта с филь- тра	0,001	—	0,009	—	0,004	—	0,001	0,001	—	—	—	—	—	—	—	—	—
1-й по- глотитель	0,008	0,065	0,13	0,04	0,12	0,24	0,005	0,01	0,047	0,044	0,05	0,06	0,08	0,05	0,046	0,15	0,12
2-й поглотитель	0,002	0,001	0,002	Не об- нару- жен	Не об- нару- жен	0,002	Не об- нару- жен	0,001	Не об- нару- жен	Не об- нару- жен	0,001	0,001	Не об- нару- жен	Не об- нару- жен	Не об- нару- жен	0,008	0,005

Примечание. Результаты анализа рассчитаны в микрограммах на 1 л воздуха.

АФА-В-10. Воздух аспирировали со скоростью 1 л в минуту. Некоторые данные о поглощении формамида представлены в таблице.

Как видно из таблицы, формамид в основном поглощается в 1-м поглотительном приборе; в поглотительных приборах обнаружено продукта значительно больше, чем в смывах с фильтра. Однако не исключена возможность образования аэрозоля конденсации. Отмечается получение значительно больших количеств формамида в тех случаях, когда впереди поглотительных приборов фильтр не помещали (пробы 2, 4, 6, 9, 10, 11).

С учетом полученных результатов важно было установить полноту извлечения формамида из фильтров АФА-В-10. Для этого на фильтры наносили стандартный раствор формамида, содержащий 20, 30, 60, 100, 200, 600 и 1000 мкг. Фильтр обрабатывали несколько раз дистиллированной водой и определяли в смыве содержание по гидроксамовой реакции. Выяснили, что большие концентрации формамида извлекаются из фильтра примерно на 50%, а меньшие количества — примерно на 80%. В связи с изложенным в дальнейшем поглощение формамида мы проводили в поглотительные приборы с пористой пластинкой.

Результаты исследования позволяют нам рекомендовать для определения формамида в воздухе метод, основанный на поглощении его в дистиллированную воду с последующим анализом по гидроксамовой реакции.

Отбор пробы воздуха проводят в 2 последовательно соединенных поглотительных прибора с 6 мл дистиллированной воды в каждом. Для анализа к 3 мл пробы из каждого поглотительного прибора прибавляют по 1 мл 10% раствора гидроксилamina, по 0,2 мл 1 н. раствора щелочи и ставят на 15 мин. в кипящую водяную баню. После охлаждения добавляют по 0,5 мл 10% раствора хлорида окисного железа, приготовленного на 0,1 н. растворе соляной кислоты, и через 30 мин. устанавливают оптическую плотность раствора при длине волны 495 мкм в кювете 10 мм. Для количественного определения пользуются градуировочным графиком, полученным при измерении оптических плотностей шкалы стандартов. Шкалу стандартов готовят от 5 до 100 мкг формамида с интервалом 10 мкг. Можно также визуально измерить интенсивность окрашивания пробы с одновременно приготовленной шкалой стандартов.

ЛИТЕРАТУРА

Дюжева Ю. В. Гиг. и сан., 1962, № 1, с. 47. — Кузьмичева М. Н. Гиг. труда, 1961, № 5, с. 58. — Русских А. А. Там же, 1965, № 9, с. 59. — Massman W., Arch. Gewerbepath. Gewerbehug., 1955, Bd 12, S. 91.

Поступила 25/IX 1967 г.

УДК 576.858.07

МЕТОДИКА КОЛИЧЕСТВЕННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВИРУСА В ВОЗДУХЕ И НА ПОВЕРХНОСТЯХ ПРИ АЭРОЗОЛЬНОМ МЕТОДЕ ИХ ОБСЕМЕНЕНИЯ

Г. И. Карпухин, А. В. Слободенюк, В. К. Слободенюк

Институт вирусных инфекций Министерства здравоохранения РСФСР, Свердловск

Большинство авторов, сравнивая методы выделения вирусов из воздуха, отмечают высокую улавливающую способность приборов, основанных на принципе сифонирования жидкости струей аспирируемого воздуха (В. В. Влодавец с соавторами; А. Ф. Визитиу¹; Х. Л. Галикеев;