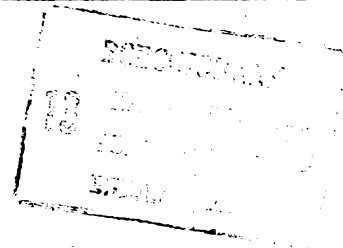




ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ



- (21) 3635322/23-04
(22) 10.08.83
(46) 15.04.85. Бюл. № 14
(72) Р.В. Горская и В.И. Прудникова
(71) Донецкий научно-исследовательский институт гигиены труда и профзаболеваний
(53) 543.432 (088.8)
(56) 1. Закупра В.А. Методы анализа и контроля в производстве ПАВ. М., "Химия", 1977, с. 181.
2. Коренман И.М., Фотометрический анализ. Методы определения органических соединений. М., "Химия", 1970, с. 228.
3. Перегуд Е.А. Химический анализ воздуха. Л., "Химия", 1976, с. 205 (прототип).

(54)(57) СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛКИЛСУЛЬФАТОВ В ВОЗДУХЕ путем пропуска анализируемой пробы через фильтры, экстракции алкилсульфатов с фильтра, добавления к полученному экстракту цветореагента, обработки полученной смеси с последующим фотометрированием полученного окрашенного раствора, отличающийся тем, что, с целью упрощения определения и повышения его чувствительности и точности, в качестве цветореагента используют 0,1-3%-ный спиртовой раствор ванилина в присутствии серной кислоты, а обработку полученной смеси проводят нагреванием на кипящей водяной бане с последующим охлаждением и добавлением воды.

Изобретение относится к технике аналитического определения токсических веществ в воздушной среде, в частности к способам определения алкилсульфатов состава

$(C_n H_{2n+1} O)_2 SO_2$ и $C_n H_{2n+1} O-SO_2 OH$ (где $C_{10}-C_{13}$), обладающих мощными свойствами и являющимися основной составной частью различных пенообразователей.

Известен весовой метод определения алкилсульфатов с предварительной обработкой анализируемой смеси петролевым эфиром, отгонкой на водяной бане при подаче азота с последующим растворением в смеси хлороформа, *n*-пропанола и воды, пропуском через колонку с сефадексом, вторичной отгонкой при подаче азота, титрованием 0,1 н. раствором едкого кали в этаноле, упариванием на водяной бане до сухого остатка и взвешиванием [1].

Недостатками этого способа являются трудоемкость, длительность, малая чувствительность и точность.

Известен фотометрический способ определения алкилсульфатов $C_n H_{2n+1} OSO_3 Na$, где $n = 8$, основанный на известной реакции алкилсульфатов с розанилином. Исследуемый раствор, приготовленный на фосфатном буферном растворе, смешивают с гидрохлоридом розанилина, взбалтывают в течение 50 мин с 5 мл смеси равных объемов хлороформа и этилацетата, затем центрифугируют. Органический слой отделяют и фотометрируют при 540 нм [2].

Недостатками этого способа являются длительность и малая чувствительность, так как он позволяет определять не менее 0,02 моля (4,64 мг) указанных алкилсульфатов в 4 мл раствора.

Наиболее близким к предлагаемому по технической сущности и достигаемому результату является фотометрический способ определения алкилсульфатов в атмосферном воздухе, основанный на реакции их с метиленовым синим в качестве цветореагента, согласно которому исследуемый воздух, содержащий аэрозоли алкилсульфатов, пропускается через фильтры АФА-В-18 со скоростью 20 л/мин в течение 20 мин. Фильтр с пробой дважды обрабатывают 3 мл смеси этанол-вода

в соотношении 1:6. Для анализа из 6 мл исследуемого раствора берут 3 мл и помещают в делительную воронку. Затем добавляют 2 мл щелочного фосфатного буферного раствора, 0,05 мл 0,1%-ного раствора тимолфталейна и после появления голубого окрашивания, свидетельствующего о должном pH (10,0), вносят цветореагент, в качестве которого используют 1 мл 0,03%-ного раствора метиленового синего, и 3 мл хлороформа. Смесь встряхивают в течение 1 мин и после разделения слоев хлороформную вытяжку промывают кислым раствором метиленового синего и фотометрируют на регистрирующем спектрофотометре СФ-10 при длине волны 655 нм в кювете с толщиной слоя 1,5 см. Чувствительность метода при записи спектра светопропускания составляет 0,5-5,0 мкг в анализируемом растворе [3].

Однако известный способ характеризуется трудоемкостью, недостаточной чувствительностью и точностью определения.

Цель изобретения - упрощение определения, повышение его чувствительности и точности.

Поставленная цель достигается согласно способу, заключающемуся в пропуске исследуемого воздуха через фильтры, экстракции алкилсульфатов с фильтра, добавлении к полученному экстракту 0,1-3%-ного спиртового раствора ванилина в присутствии серной кислоты, нагревании полученной смеси на кипящей водяной бане, охлаждении, добавлении воды с последующим фотометрированием полученного окрашенного раствора.

Ванилин-4-окси-5-метоксибензальдегид.

Пример 1. Исследуемый воздух в количестве 200 л пропускают через фильтр АФА-ВП-20 со скоростью 20 л/мин. Фильтр переносят в воронку и дважды смывают теплой водой по 2 мл в пробирку. Для анализа берут 1 мл раствора, приливают 3 мл серной кислоты и через 5 мин 0,1 мл 2%-ного спиртового раствора ванилина. Пробу помещают в кипящую водяную баню на 15 мин, после охлаждения добавляют 2 мл дистиллированной воды, перемешивают и через 20 мин измеряют оптическую

плотность раствора при длине волны 536 нм и толщине слоя 1,0 см.

Для построения калибровочного графика готовят стандартный раствор

алкилсульфатов в воде с содержанием 200 мкг в 1 мл.

Шкала стандартов представлена в табл.1.

Т а б л и ц а 1

1	2	3	4	5	6	7
Стандартный раствор, мл	0	0,1	0,25	0,5	0,75	1,0
Дистиллированная вода, мл	1,0	0,9	0,75	0,5	0,25	0
Кислота серная ($\rho = 1,84$), мл	Во все пробирки по 3 мл					
Раствор ванилина, мл	Во все пробирки по 0,1 мл					
Содержание пенообразователя, мкг	0	20	50	100	150	200

Пробирки помещают в кипящую водяную баню и далее поступают как при обработке пробы.

В табл.2 представлены данные о влиянии концентрации раствора ванилина.

Т а б л и ц а 2

Концентрация алкилсульфата, мкг	Концентрация ванилина, %	Оптическая плотность $X \pm S_{\bar{x}}$
1	2	3
20	0,1	$0,01 \pm 0,004$
"	1,0	$0,02 \pm 0,003$
"	2,0	$0,02 \pm 0,003$
"	3,0	$0,02 \pm 0,004$
80	0,1	$0,06 \pm 0,008$

Продолжение табл. 2

	1	2	3
25	"	1,0	$0,12 \pm 0,020$
	"	2,0	$0,14 \pm 0,030$
	"	3,0	$0,13 \pm 0,040$

30 Из приведенных данных видно, что оптимальное значение концентрации ванилина лежит в пределах 1-3% (оптическая плотность растворов в этом диапазоне практически одинакова).

35 Учитывая необходимость создания некоторого избытка реагента с одной стороны и его экономии, оптимальным является использование в реакции 2%-ной концентрации пара ванилина.

40 В табл.3 приведены результаты определения алкилсульфатов в искусственных растворах.

45 В табл.4 приведены результаты анализа воздуха на содержание аэрозоля алкилсульфатов.

Т а б л и ц а 3

Взято алкилсульфатов	Обнаружено алкилсульфатов, мкг			
	Известный способ	Ошибка, %	Предлагаемый способ	Ошибка, %
20	0	-	18	10,0
20	0	-	17	15,0
20	0	-	23	15,0

Продолжение табл. 3

Взято алкилсульфатов	Обнаружено алкилсульфатов, мкг			
	Известный способ	Ошибка, %	Предлагаемый способ	Ошибка, %
40	32	20,0	42	3,0
40	31	23,0	40	0
40	32	20,0	37	7,5
100	90	10,0	96	4,0
100	92	8,0	95	5,0
100	116	16,0	107	7,0

Т а б л и ц а 4

Отобрано воздуха, л	Время отбора проб, мин	Обнаружено алкилсульфатов				Количество параллельных определений
		Предлагаемый способ		Известный способ		
		$\bar{Y} \pm S\bar{Y}$, мкг/л	Отн.	$\bar{Y} \pm S\bar{Y}$, мкг/л	Отн.	
50	5	$15,8 \pm 1,2$	17,1	0		5
50	5	$20,3 \pm 1,8$	19,9	0		5
100	10	$32,5 \pm 2,3$	15,9	0		5
100	10	$48,4 \pm 3,0$	13,9	$40,2 \pm 5,0$	28,0	5

Как видно из приведенных данных, точность определения алкилсульфатов с помощью предлагаемого способа в среднем в 2 раза выше по сравнению с известным. Кроме того, результаты свидетельствуют о большей чувствительности предлагаемого способа (20 мкг против 40 мкг), что имеет существенное значение при анализе воздуха,

так как повышение чувствительности приводит к сокращению времени отбора проб воздуха.

Таким образом, применение ванилина в качестве цветореагента повышает чувствительность, точность определения и сокращает время проведения анализа в 2 раза.

Составитель М. Поляков

Редактор С. Лисина

Техред И. Асталов Корректор Л. Пилипенко

Заказ 2133/32

Тираж 897

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4