

МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ

ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ КАПРОЛАКТАМА В ВОДЕ, ВОЗДУХЕ
И БИОЛОГИЧЕСКИХ СРЕДАХ I.

ОБЩАЯ ЧАСТЬ

Капролакта́м - I $\begin{matrix} \text{CH}_2 - \text{CH}_2 - \text{C} \\ | \\ \text{N} \\ | \\ \text{CH}_2 \end{matrix}$ - лактам E - аминокaproно-

вой кислоты, молекулярный вес # 113, представляет собой белое кристаллическое вещество с Т. плав. 69,7°. Капролакта́м хорошо растворим в воде, этаноле, ацетоне и др. органических растворителях. В производственных условиях капролакта́м может оказывать токсическое действие на организм человека в виде аэрозоля конденсации или пыли.

ПДК капролакта́ма для воды водоемов - I мг/л, для атмосферного воздуха - 0,06 мг/м³.

Принцип метода

Метод основан на извлечении капролакта́ма из исследу-

-
- I. Утверждено Заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР В.Е. КОШКИНО
7 августа 1975 № 1328 - 75

емого объекта органическим растворителем, концентрировании экстракта, хроматографировании в тонком слое окиси алюминия и проявлении препарата по реакции N - галогенирования.

Чувствительность метода - I - 2 мкг на пластинке.

Реактивы и растворы

1. Окись алюминия для хроматографии II степени активности
2. Гипс медицинский
3. Калий иодистый, 1 % водный раствор
4. Крахмал растворимый, 2 % водный раствор
5. Этиловый спирт
6. Калий марганцево - кислый
7. Кислота соляная, концентрированная
8. Ацетон
9. Четыреххлористый углерод
10. Диэтиловый эфир
11. Стандартный раствор капролактама: в мерную колбу на 50 мл вносят 10,0 мг капролактама и доводят этанолом до метки. Концентрация раствора составляет 200 мкг/мл.
12. Раствор для проявления - иод - крахмальный реактив.
Перед употреблением смешивают 20 мл 1 % водного раствора иодистого калия, 40 мл 2 % водного раствора крахмала и 20 мл этанола. Раствор пригоден к употреблению до выпадения осадка (2 - 3 суток)
13. Камера с хлором - на дно эксикатора помещают 5 - 6 г марганцевокислого калия, 10-15 мл концентрированной со -

ляной кислоты и закрывает сосуд хорошо притертой крышкой. Через 2 - 3 минуты камера с хлором готова к работе.

Посуда и приборы

- I. Стеклянная камера для хроматографирования с притертой крышкой
2. Пульверизаторы стеклянные
3. Эксикатор
4. Микропипетки на 0,2 мл
5. Стеклянные пластинки 9 x 12 см или другого удобного в работе размера
6. Колбы мерные на 50 мл.
7. Колбы конические на 250 мл
8. Сушильный шкаф на 150°
9. Аппарат для встряхивания
10. Фарфоровые чашки
- II. Поглотитель Зайцева.

Приготовление пластин для хроматографии

Для получения сорбционной смеси смешивают 50 г окиси алюминия, 5 г гипса, 75 мл дистиллированной воды и 2 мл ортофосфорной кислоты. Полученную смесь встряхивают на аппарате Шутеля в течение 20 - 30 минут. Однородную смесь выливают в чашку и равномерным слоем наносят на чистые обезжиренные пластинки. Пластинки сушат на воздухе в течение суток и в дальнейшем хранят в эксикаторе.

Подвижная фаза — смесь равных объемов ацетона и четыреххлористого углерода.

Определение капролактама в воздухе

Воздух отбирают в поглотитель Заичева, зафиксированный (3мл) перегнанным этанолом со скоростью 12 л/час. Для анализа отбирают 60 л воздуха. Во время отбора пробы поглотитель помещают в склянку со льдом и в случае необходимости подливают спирт до метки—3 мл. После отбора пробы этанол упаривают до объема 0,3—0,5 мл и переносят в одну точку на хроматографическую пластинку. Слева и справа от пробы наносят пятна стандартного раствора в количествах 5 и 10 мкг. Пластинку помещают в хроматографическую камеру с подвижной фазой. После подъема жидкости на высоту 10 см пластинку вынимают из камеры сушат в сушильном шкафу при температуре 150°С в течение 5—10 минут, а затем охлажденную пластинку помещают в камеру с хлором на 5—7 минут. После улетучивания хлора под вытяжкой пластинку проявляют мод — крахмальным реактивом. Появление темно — синих пятен на белом фоне с $R_f = 0,66$ свидетельствует о наличии капролактама. Количественную оценку производят путем измерения площадей пятен и сравнения с графиком зависимости площади пятна от концентрации капролактама, построенном для данной серии пластин по стандартному раствору препарата.

Определение капролактама в воде

Для анализа отбирают 100 мл водной вытяжки и экстраги-

руют трижды по 20 мл диэтиловым эфиром. Объединенный эфирный экстракт пропускают через безводный сульфат натрия и упаривают в концентраторе на водяной бане до объема 0,2 - 0,5 мл. Упаренный экстракт переносят на хроматографическую пластинку. Дальнейшее определение производят также, как и для определения капролактама в воздухе.

Определение капролактама в биологических средах.

В делительную воронку помещают 10 мл крови или предварительно измельченную навеску органа (1 - 10 г) прибавляют 10 мл диэтилового эфира и интенсивно встряхивают в течение 1 - 2 минут. Экстракцию проводят трижды. Объединенные экстракты сушат безводным сульфатом натрия и упаривают в концентраторе на водяной бане до объема 0,2 - 0,5 мл. Упаренный экстракт переносят на хроматографическую пластинку и дальнейшее определение проводят так же, как и при определении капролактама в воздухе.

Ошибка определения составляет $\pm 10\%$, воспроизводимость метода 80 - 90 %.