МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ УЗБЕКСКОЙ ССР

УЗБЕКСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
САНИТАРИИ, ГИГИЕНЫ И ПРОФЗАБОЛЕВАНИЙ

"УТВЕРЖДАЮ"

Главный Государственный санитарный
врач Узбекской ССР

18 июня 1978г.

М.К.ШАРИПОВ

М Е Т О Д И Ч Е С К И Е У К А З А Н И Я
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ГЕКСАХЛОРАНА В АТМОСФЕРНОМ ВОЗДУХЕ

ТАШКЕНТ - 1978г.

gost.e-ecolog.ru

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

составлены младшим научным сотрудником и старшим научным сотрудником Узбекского научно-исследовательского института санитарии, гигиены и профзаболеваний Т.С.ХАСАНОВЫМ и В.В.ТАРАСОВЫМ

ГХЦГ - белый кристаллический порошок, плохо растворим в воде (10 мг/л), т.пл.112,8°. Летучесть при 20° - 0,009 мг/м³, при 25° - 1,15 мг/м³, при 30° - 1,8 мг/м³. Удельный вес при 25°- 1,85-1,9. Давление паров при 20° - 9,4 10^{-6} мм.рт.ст. Растворим в органических растворителях. Устойчив на воздухе, в воде, на свету.

Выпускается в формах 50%-ного с.п.,90%-ного технического препарата, 46%-ного к.э. 2-4%-ного мелкозернистого гранулированного препарата, 2-%-ного 0,0 крупнозернистого гранулированного препарата.

Применяется в качестве инсектицида комплексного действия. 90%-ный технический гамма-изомер - для предпосевной обработки семян сельскохозяйственных культур.

I. Общая часть

1. Метод основан на поглощении ГХЦГ из воздуха на фильтр АФА и силикагель с последующей экстракцией препарата гексаном, удалении растворителя и последующей газохроматографическом определении гексанового раствора ГХЦГ с детектором электронного захвата (ДЗЗ).

2. Чувствительность метода 0,002 мкг в 1 мл анализируемого раствора.

3. Время анализа 3 минуты

II. Реактивы и аппаратура.

4. Ацетон перегнанный ГОСТ 26-03-63

Стандартный раствор ГХЦГ в гексане 0,1 мкг/мл.

Этанол ГОСТ 5962-51

Гексан ТУ 6-09-3375-73

10% водный раствор бикарбоната натрия.

Твердый носитель -хроматон - N 10,16-0,20 мм.

Жидкая фаза - SE 30.

5. Применяемая аппаратура и посуда

Хроматограф "Цвет-5" с детектором по захвату электронов

Электроаспиратор

Водяная баня

Гофрированные трубки с силикагелем КСК[x)] (размер частиц) 0,3-0,5 мм

Гофрированная трубка заполняется I,5-I,8 г силикагеля, закрывается с обоих концов проволочными колонками. Фильтр АФА с фильтродержателями.

Стеклянная колонка (I м. х 0,35 см.)

Пробирки с притертыми пробками ГОСТ I770-59

Пипетки ГОСТ I770-59, емкостью I,0; 2,0; 5,0 и I0,0 мл с делениями 0,0I; 0,05; 0,I.

Фарфоровые чашки.

Колбы мерные ГОСТ I770-59, емкостью 50 мл

Микрошприц на I0 мкл типа МШ-I0

II. Подготовка хроматографической колонки

6. Приготовление насадки

30 гр хроматона N, высушенного в термостате при I20° в течение 2 часов, заливают в фарфоровой чашке ацетоновым раствором силиконового эластомера SE-30 (0,9 гр эластомера растворить в I00 мл ацетона). Перемешивают всю массу стеклянной палочкой (осторожно, чтобы не нарушить зернение сорбента) и выпаривают ацетон при помешивании на водяной бане, остаток ацетона удаляют в сушильном шкафу при I00° в течение 2-х часов (до исчезновения запаха).

Приготовленную насадку хроматон N-супер+3% SE-30 хранят в склянке с притертой пробкой.

7. Заполнение колонки.

Стеклянная колонка длиной 1 метр с внутренним диаметром 3,5 мм предварительно промывается последовательно раствором соды, дистиллированной водой, этанолом, хлороформом, эфиром и ацетоном, а затем после продувки в токе азота, ставится на 2 часа в термостат при 100°. После чего короткий конец стеклянной колонки закрывается стеклянной ватой и подсоединяется к вакуумному насосу, через длинный конец колонки с помощью воронки насыпается приготовленная насадка (хроматон N-супер+3% SE-30).

При включенном насосе и легком постукивании по поверхности колонки ребристой частью пинцета производится равномерная набивка колонки и закрывают второй конец тампоном из стеклянной ваты (длинный конец колонки заполняется насадкой не до конца, незаполненной остается часть, которая входит в испаритель).

Кондиционирование колонки проводится в термостате хроматографа при скорости азота 1 л/час и температуре 210° в течение 3 часов (детектор не подключен).

IV. Условия хроматографического определения

8. Хроматограф "Цвет-5".

Стеклянная колонка (1 м х 0,35 см) с хроматоном N-супер+3% SE-30

Газ носитель-азот, скорость 10 мл/14 сек.

Детектор электронного захвата

Температура термостата колонок 190°С.

Температура термостата детектора - 220°

Температура испарителя - 210°

Шкала усилителя 0,25 · $10a^{-10}$

Время анализа – 3 минуты

У. Отбор проб воздуха.

Для поглощения ГХЦГ 40 л воздуха со скоростью 2 л/мин протягивают через фильтр АФА-В-18 и гофрированную трубку с силикагелем в течение 30 минут.

УІ. Ход анализа

9. К гофрированной трубке с силикагелем присоединяют на стык небольшую воронку и промывают силикагель 20 мл гексана. Воронку следует присоединить к тому концу трубки, который был соединен с аспиратором. Гексановую вытяжку собирают в колбу на 50 мл, в которой помещен фильтр. Колбу интенсивно встряхивают в течение 5 минут. Фильтр помещают в воронку и промывают дополнительно 10 мл гексана, затем гексан испаряют с помощью испарителя под вакуумом до объема 1-2 мл. Предварительно строят график зависимости площади пика от концентрации ГХЦГ полученной при вводе в хроматограф последовательно 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 мкл стандартного раствора, ГХЦГ в гексане. Время удерживания ГХЦГ равно 1'30". Количественная оценка хроматограмм проводится по калибровочному графику и по соотношению зависимости площадей пика от концентрации стандартного р-ра и пробы (рис.1).

10. Расчет количества ГХЦГ в пробе воздуха проводится по формуле:

$$X = \frac{C \cdot a}{в \cdot V_0 \cdot 1000}$$, где

X - концентрация ГХЦГ в воздухе в мг/$м^3$.

C - содержание ГХЦГ в мкг, найденное по калибровочному графику.

а – объем пробы в мл

в – объем пробы, вводимой в испаритель в мкл.

V_0 – объем отобранного воздуха в л., приведенный к нормальным условиям.

или: $$X = \frac{C \cdot S_2 \cdot a}{S_1 \cdot в \cdot V_0 \cdot 1000}$$, где

X – концентрация ГХЦГ в воздухе в мг/м^3

С – количество препарата в стандартном растворе, введенном в хроматограф в мкг.

S_1 – площадь пика стандартного раствора препарата введенного в хроматограф в мкг.

S_2 – площадь пика препарата в пробе, мм^2.

в – объем экстракта, введенного в хроматограф в мкг.

а – общий объем экстракта после упаривания мл.

V_0 – объем отобранного воздуха в литрах, приведенным к нормальным условиям.

Приложение I
к Положению о порядке
внедрения достижений
медицинской науки в
практику здравоохранения

Отрывной лист учета
использования методов профилактики, диагностики и лечения

Направить по подчиненности (копию составителю, см. пункт I)

I. Методические указания по определению гексахлорана в атмосферном воздухе разработаны научными сотрудниками Узбекского научно-исследовательского института санитарии, гигиены и профзаболеваний Т.Э.ХАСАНОВЫМ и В.В.ТАРАСОВЫМ
(наименование методического документа)
г. Ташкент-56 ул. Шолковского-325

2. Главным Государственным санитарным врачом Узбекской ССР
(кем и когда утвержден)
М.К.ШАРИПОВЫМ от 18 июня 1976г.

3. _____
(кем и когда получен)

4. Количество лечебно-профилактических учреждений, которые внедряли методы профилактики, диагностики и лечения, предложенные документом _____

5. Формы внедрения (семинары, подготовка и переподготовка специалистов, сообщения и пр.) и результаты применения метода (количество наблюдений за I год и эффективность) _____

6. Замечания и пожелания (текст)

Подпись _____
(должность, ф.и.о. лица, заполнявшего карту).

Примечание: пункты I и 2 печатаются в соответствии с изданным документом, 3,4,5,6 - заполняются учреждением, применившем методы.

Р. 09002 Подписано печати 10.07 [illegible]

Зак. [illegible] Тираж 15[illegible] 1978 г.

Отпечатано Ташполиграфкомбинате. Ташкент, Навои, 30.

gost.e-ecolog.ru