СПРАВОЧНИК

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

Том 2

gost.e-ecolog.ru

СПРАВОЧНИК

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

В ДВУХ ТОМАХ

Том **2**

МОСКВА ВО «АГРОПРОМИЗДАТ» 1992

Утверждено 08.06.89 № 5032—89

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ДДТ И ЕГО ПРОИЗВОДНЫХ, ГЕКСАХЛОРБЕНЗОЛА, ИЗОМЕРОВ ГХЦГ* И МЕТОКСИХЛОРА** В ВОЗДУХЕ МЕТОДОМ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Дополнение к Методическим указаниям № 1112—73 от 30.07.73

Краткая характеристика препарата дана на с. 13 (т. 1). Агрегатное состояние в воздухе — аэрозоль ПДК γ-ГХЦГ в воздухе рабочей зоны 0,05 мг/м³, гексахлорана — 0,1 мг/м³. ПДК 4,4-ДДТ в воздухе рабочей зоны 0,1 мг/м³, максимально разовая в атмосферном воздухе — 0,005 мг/м³, среднесуточная — 0,001 мг/м³. ПДК гексахлорбензола в воздухе рабочей зоны 0,9 мг/м³. ПДК метоксихлора в воздухе рабочей зоны 0,5 мг/м³.

Принцип метода. Определение основано на использовании метода ГЖХ с применением ДЭЗ. Отбор проб с концентрированием.

Метрологическая характеристика метода. Предел измерения содержания метоксихлора 5 нг; ГХБ, α-, γ- и δ-ГХЦГ — 1 нг; β-ГХЦГ, 4,4′-ДДЭ, 2,4′-ДДД, 4,4′-ДДД — 2 нг; 2,4′- и 4,4′-ДДТ — 5 нг в 5 мкл анализируемого объема.

Предел измерения в воздухе при отборе 25 л: метоксихлора — $5 \cdot 10^{-2}$ мг/м³; ГХБ, α-, γ- и δ-ГХЦГ — $4 \cdot 10^{-3}$; β-ГХЦГ, 4,4′-ДДЭ, 2,4′-ДДД, 4,4′-ДДД — $8 \cdot 10^{-3}$; 2,4′- и 4,4′-ДДТ — $2 \cdot 10^{-2}$ мг/м³.

Диапазон измеряемых концентраций метоксихлора 0,05—25 мг/м³; ГХБ, α-, γ- и δ-ГХЦГ — 0,004—0,20; β-ГХЦГ, 4,4′-ДДЭ, 2,4′-ДДД и 4,4′-ДДД — 0,008—0;50; 2,4′- и 4,4′-ДДТ — 0,02—1,00 мг/м³. Границы суммарной погрешности не превышают 25%. Время измерения 2 ч.

---

* Разработаны М. А. Клисенко, В. Ф. Демченко, Е. И. Давидюк (ВНИИГИНТОКС).

** Разработаны В. Ф. Новицким (БелНИСГИ).

Избирательность метода. Определению ХОП не мешают гербицидные препараты на основе 2,4-Д, *симм*-триазинов. При анализе метоксихлора в воздухе рабочей зоны определению не мешают сопутствующие в его производстве вещества (анизол, бензол, хлораль и др.).

Реактивы, материалы, растворы. Метоксихлор х. ч. ХОП (ГХБ; α-, γ-, β- и δ-ГХЦГ; 2,4′-ДДТ, 2,4′-ДДД, 4,4′-ДДТ, 4,4′-ДДД; 4,4′-ДДЭ) — стандартные образцы (СО) или х. ч. Азот газообразный особой чистоты. *н*-Гексан ч. (перегнанный). Серная кислота концентрированная х. ч. Бикарбонат натрия х. ч. Безводный сульфат натрия ч. (прокаленный). Хроматографические насадки: I вариант — 5% силиконового каучука СКТФТ-803 или диметилсиликонового каучука SE-30 на хроматоне N-AW-DMCS (0,20—0,25 мм); II вариант — смесь 1,5% фенилметилсиликонового масла OV-17 и 1,95% трифторпропилметилсиликонового каучука QF-1 на хроматоне N-AW-HWDS (0,20—0,25 мм). Фильтры бумажные «синяя лента».

Стандартные растворы индивидуальных ХОП в *н*-гексане, содержащие по 100 мкг/мл. Раствор смеси ХОП с концентрацией ПХБ и α-ГХЦГ 0,05 мкг/мл; γ-ГХЦГ и 4,4′-ДДЭ — 0,1; β-ГХЦГ, 2,4′- и 4,4′-ДДД, 2,4′- и 4,4′-ДДТ — 0,2; δ ГХЦГ — 0,4 мкг/мл (готовят путем смешивания соответствующих аликвот стандартных растворов и индивидуальных ХОП и последующего разведения). Рабочий раствор метоксихлора, содержащий 1 мкг/мл. Растворы устойчивы месяц при хранении в холодильнике.

Приборы и посуда. Хроматограф с ДЭЗ или ДПР. Колонки стеклянные с внутренним диаметром 3 мм, длиной 1 м (I вариант) и 2 м (II вариант). Аспирационное устройство. Аппарат для встряхивания. Фильтродержатели. Микрошприцы. Ротационный вакуумный испаритель. Колбы: мерные на 25 и 100 мл; круглодонные и грушевидные на 100 мл; конические с притертыми пробками на 100 мл. Пипетки мерные на 1, 2, 5 и 10 мл.

Отбор проб. Воздух аспирируют со скоростью 5 л/мин через фильтр, закрепленный в фильтродержателе. Для определения $^1/_2$ ПДК метоксихлора следует отобрать 10 л воздуха рабочей зоны в течение 2 мин.

Ход анализа. Фильтр с отобранной пробой тщательно измельчают ножницами, переносят в коническую колбу на 50 мл, заливают 10 мл *н*-гексана и экстрагируют при встряхивании в течение 20 мин. Экстракт декантируют через воронку с безводным сульфатом натрия, фильтр дополнительно дважды промывают гексаном порциями по 5 мл. Объединенный экстракт переносят в делительную воронку на 10 мл, аккуратно встряхивают в течение 3—5 мин с 10 мл концентрированной серной кислоты. После разделения слоев кислоту отбрасывают, при необходимости очистку повторяют до тех пор, пока серная кислота после встряхивания не окажется такого же цвета, как до процедуры. Гексановый экстракт отмывают 5—10 мл 0,5 н. водного раствора бикарбоната натрия, а затем дистиллированной водой (2—3 раза по 10—15 мл) до нейтральной реакции промывных вод. Конечный экстракт сушат безводным сульфатом натрия, переносят в грушевидную колбу и концентрируют на ротационном испарителе до объема 0,5—1 мл при температуре водяной бани 35—40 °С.

Метод газожидкостной хроматографии. При определении метоксихлора 2 мкл гексанового экстракта хроматографируют с ДЭЗ или ДПР на 1-м колонке с 5% SE-30 или СКТФТ-803 (вариант I). Условия хроматографирования приведены в таблице 179. При определении ГХБ и его производных, изомеров ГХЦГ, 5 мкл гексанового экстракта хроматографируют с ДЭЗ или ДПР на 2-й хроматографической колонке, содержащей 1,5% OV-17+1,95% QF-1 (вариант II).

Определять метоксихлор в условиях варианта II нецелесообразно.

Абсолютное время удерживания метоксихлора на SE-30 — 3 мин 40 с, на СКТФТ-803 — 3 мин 15 с. Абсолютное время удерживания на колонке с 1,5% OV-17+1,95% QF-1: ГХБ — 3 мин 45 с; α-ГХЦГ — 4 мин 05 с; γ-ГХЦГ — 5 мин 25 с; β-ГХЦГ — 6 мин 25 с; δ-ГХЦГ — 7 мин 35 с; кель-

179. Условия газохроматографического анализа хлорорганических пестицидов

Условия ГЖХ анализа	Вариант I	Вариант II
Детектор	Электронно-захватный	Электронно-захватный
Размеры стеклянной колонки	1 м × 3 мм	2 м × 3 мм
Твердый носитель	Хроматон N-AW (0,20—0,25 мм)	Хроматон N-AW-HMDS (0,125—0,160 мм)
Жидкая фаза	SE-30 (5 %) или СКТФТ-803 (5%)	1,5 % OV-17+1,95 % QF-1
Температура, °С:		
колонки	210	185
испарителя	250	220
детектора	230	240
Газ-носитель	Азот особой чистоты	Азот особой чистоты
Скорость потока, мл/мин:		
носителя	45	50
продувочного газа-носителя	35	160
Скорость диаграммной ленты-самописца, мм/ч	600	240
Объем вводимой пробы, мкл	2	5

тан — 12 мин 50 с; 4,4′-ДДЭ — 20 мин 20 с; 2,4′-ДДД — 20 мин 10 с; 2,4′-ДДТ — 29 мин 25 с; 4,4′-ДДД — 33 мин 15 с; 4,4′-ДДТ — 39 мин 25 с.

Обработка результатов анализа. Количество компонентов хлорорганических пестицидов в воздухе (X, мг/м³) вычисляют по формуле

$$X = \frac{GH_2V_2}{H_1V_1V_{20}},$$

где G — количество вещества в хроматографируемом объеме стандартного раствора, нг; H_1, H_2 — высоты пиков соответственно на хроматограмме стандарта (среднее из 3 определений) и на хроматограмме пробы, мм; V_1 — хроматографируемый объем пробы, мкл; V_2 — конечный объем анализируемого раствора, мл; V_{20} — объем воздуха, взятый для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

Требования безопасности. Необходимо соблюдать правила безопасности при работе с органическими растворителями, токсичными веществами, концентрированными кислотами.

gost.e-ecolog.ru