ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ
ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по определению микроколичеств пестицидов в продуктах питания, кормах и внешней среде

т. 16, р. II

Данные методики апробированы и рекомендованы
в качестве официальных Группой экспертов при Госкомиссии,
болезнями растений и сорняками

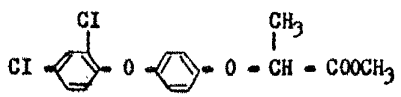
Москва — 1987 г.

gost.e-ecolog.ru

"УТВЕРЖДАЮ"
ЗАМЕСТИТЕЛЬ ГЛАВНОГО
ГОСУДАРСТВЕННОГО САНИТАРНОГО ВРАЧА СССР
А.И.ЗАИЧЕНКО
27 ноября 1984г.
№3152-84

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ИЛЛОКСАНА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

I.Краткая характеристика препарата.



Мол.масса 341,2

Действующее начало препарата - метиловый эфир 2-(4'-(2",4"-Дихлорфеноксн)-феноксн)-пропионовой кислоты.

В чистом виде - белое кристаллическое вещество с температурой плавления 39 - 41°С и температурой кипения 175 - 176°С (при 0,1 мм.рт.ст.). Давление насыщенных паров при 20°С составляет $22,5 \cdot 10^{-2}$ мм.рт.ст., при 30°С $75 \cdot 10^{-2}$ мм.рт.ст., при 54°С 22,5 мм.рт.ст. Хорошо растворим в пентане, гексане, изооктане, ацетоне, эфире и других органических растворителях. Растворимость в воде при 22°С составляет 0,005 г в 100 мл. В воздухе может находиться в виде аэрозоля. ОБУВ в воздухе рабочей зоны 0,5 мг/м^3.

2.Методика определения иллоксана в воздухе рабочей зоны.

2.1.Основные положения.

2.1.1.Принцип метода.

Определение основано на использовании газожидкостной хроматографии с одним из селективных радиоионизационных детекторов: электронно-захватным (ЭЗД) или ионизационно-резонансным детектором (ИРД).

Отбор проб с концентрированием.

2.I.2.Метрологическая характеристика.

Предел измерения $5 \cdot 10^{-4}$ мкг в 2 мкл анализируемого объема.

Предел измерения в воздухе 0,05 мг/м^3 при отборе 25 л.

Диапазон измеряемых концентраций 0,05 - 25 мг/м^3.

Границы суммарной погрешности не превышают 20%.

2.I.3.Избирательность метода.

Определению не мешают наполнители технического препарата.

2.2.Реактивы,материалы,растворы.

Иллоксан 36%.

Изооктан эталонный, ГОСТ 5.394-70.

Газообразный азот особой чистоты, ГОСТ 9293-73 в баллонах с редуктором.

Хроматографическая насадка: хромалон N-AW (0,20 - 0,25 мм) с 5% SE-30 или инертон-супер (0,I2 - 0,I6 мм) с 5% ХЕ-60 производство "Chemapol", ЧССР.

Бумажный фильтр,синяя лента, ТУ 6-09-I678-77.

Стандартный раствор №I,содержащий 832 мкг/мл иллоксана,готовят растворением навески препарата в 57,8 мг (в пересчете на чистый иллоксан 57,8 х 0,36 = 20,8 мг) в мерной колбе с притертой пробкой в 25 мл изооктана.Хранят в холодильнике не более 6-ти месяцев.

Стандартный раствор №2,содержащий I,0 мкг/мл иллоксана,готовят разбавлением 0,3 мл стандартного раствора №I в мерной колбе с притертой пробкой в 250 мл изооктана.

2.3.Приборы и посуда.

Хроматограф с электронно-захватным или ионизационно-резонансным детектором.

Колонка стеклянная длиной I м, внутренний диаметр 3 мм.

Аспирационное устройство.

Фильтродержатели.

Микрошприц МШ-10М, ТУ 2-833-106.

Ротационный испаритель с набором колб ИР-1М, ТУ 25II-917-74.

Посуда лабораторная стеклянная,мерная по ГОСТу 1770-74.

2.4.Отбор проб

Воздух со скоростью 5 л/мин протягивают через фильтр,помещенный в фильтродержатель.Для определения 1/2 ПДК следует отобрать 10 л воздуха.Фильтр после отбора пробы тот час обрабатывают изооктаном. Срок хранения проб в изооктане 10 дней.

2.5.Проведение определения.

2.5.1.Подготовка прибора и проб к анализу

Хроматографическую колонку заполняют неподвижной фазой с применением вакуума и кондиционируют при температуре 200°С в течение 8 ч.

Общую подготовку хроматографа проводят согласно инструкции.

Фильтр переносят в коническую колбу на 100 мл,заливают 10 мл изооктана и экстрагируют,встряхивая 10 мин.Экстракт сливают в круглодонную колбу на 50 мл,а фильтр еще дважды промывают 5 мл изооктана.

Объединенные экстракты упаривают досуха на ротационном испарителе.Сухой остаток растворяют в 1 мл изооктана и 2 мкл полученного раствора вводят в испаритель хроматографа через мембрану.

2.5.2.Условия газохроматографического анализа.

Детектор электронно-захватный или ионизационно-резонансный.

Колонка стеклянная длиной 1 м и внутренним диаметром 3 мм.

Твердый носитель хроматон N-AW или инертон-супер

Жидкая фаза SE-30(5%) или XE-60(5%)

Температура колонки 220°С (для SE-30) или 210°С (для XE-60)

Температура испарителя 250°С

Температура детектора 230°С

Газ-носитель — азот особой чистоты

Скорость потока газа-носителя — 40 мл/мин

Скорость потока продувочного газа-носителя 35 мл/мин

Шкала усилителя $2 \cdot 10^{-13}$ А

Скорость диаграммной ленты самописца — 600 мм/мин

Объем вводимой пробы — 2 мкл

Время удерживания иллоксана 4,8 мин (на SE-30) и 3,3мин (на XE-60)

2.5.3.Обработка результатов анализа.

Количественное определение проводят методом сравнения анализируемых проб иллоксана с его отандартом по высотам пиков.

Для этого перед анализом проб и после их анализа вводят в хроматограф по 2 мкл отандартного раствора иллоксана №2,измеряют высоту пиков и вычисляют среднее арифметическое из 5-ти определений.

Концентрацию иллоксана в воздухе (X),мг/м^3,рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{G \cdot H_2 \cdot V_I}{H_I \cdot V \cdot V_{20}}, \text{ где}$$

G - количество иллоксана в хроматографируемом объеме отандартного раствора,мкг;

H_I - высота пика на хроматограмме стандарта, мм;

H_2 - высота пика на хроматограмме пробы, мм;

V_{20} - объем воздуха,взятый для анализа и приведенный к отандартным условиям, л;

V - общий объем анализируемого раствора,мл;

V_I - хроматографируемый объем пробы, мкл.

Если при введении в хроматограф пробы получаются слишком большие пики или происходит "зашкаливание" самописца,то готовят более разбавленные растворы,добавляя к части конечного раствора пробы известное

количество изооктана, что должно найти отражение в общем объеме анализируемого раствора (V).

3. Требования безопасности

Соблюдать все необходимые требования безопасности при работе в химических лабораториях, а также правила устройства, техники безопасности, производственной санитарии, противоэпидемического режима и личной гигиены при работе в лабораториях, отделениях и отделах санитарно-эпидемиологических учреждений системы МЗ СССР № 2455-81 от 20.10.81.

4. Разработчики

Марковская Т.В., к.х.н. Новицкий В.Ф., к.х.н. Перцовский А.Л., Колесников В.С. (Белорусский НИ санитарно-гигиенический институт, Минск).

gost.e-ecolog.ru