ГОСКОМИССИЯ ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ,
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ ПРИ МИНСЕЛЬХОЗЕ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ
В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

ЧАСТЬ XIУ-я

Москва - 1984

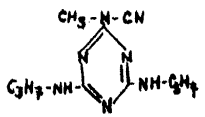
gost.e-ecolog.ru

"УТВЕРЖДАЮ"
Заместитель Главного Государственного санитарного врача СССР
_____ А.И.Заиченко
"24" августа 1983г.
№ 2869-83

Временные

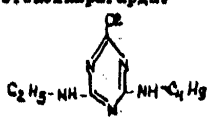
Методические указания

по газохроматографическому измерению концентраций метазина и компонентов гербицидной смеси карагард в воздухе рабочей зоны.

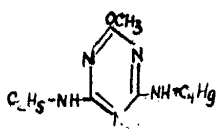


Метазин (действующее начало- 4,6-бис(изопропиламино)-2-(метилциклопропиламино)-сим-триазин).

Карагард-гербицидная смесь, содержащая 25% хлоркарагарда и 25% метоксикарагарда.



Хлоркарагард (тербутилазин, действующее начало-2-трет-бутиламино-4-хлор-6-этиламино-сим-триазин).



Метоксикарагард (тербуметон, действующее начало-2-трет-бутиламино-4-метокси-6-этиламино-сим-триазин).

Соединение	Мол. масса	Физ. состояние	$T_{пл.}$ °C	Растворимость	Товарная форма	Агрегатное состояние в воздухе
Метазин	249,2	белое крист. в-во	II2,5	В воде:плохо (I0мг/л),хорошо растворим в органических растворителях	50%с.п.	аэрозоль

I	2	3	4	5	6	7
Хлоркарагард	229,8	белое кристал. в-во	I78-I79	В воде: 8,5мг/л; Хорошо растворим в органических растворителях	50,80% с.п., карагард и др.	аэрозоль
Метоксикарагард	225,3	белое кристал. в-во	I23-I24	В воде: I30мг/л; Хорошо растворим в органических растворителях	50%с.п., карагард и др.	аэрозоль

I. Характеристика метода

I. Определение основано на использовании газожидкостной хроматографии на приборе с термионным детектором.
2. Отбор проб проводится с концентрированием (фильтр "синяя лента").
3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы:
   для метазина - 0,005 мкг
   для хлоркарагарда - 0,003 мкг
   для метоксикарагарда - 0,005 мкг
   для карагарда - 0,003 мкг
4. Предел измерения в воздухе (при отборе 50 л воздуха):
   для метазина - 0,03 мг/м^3
   для хлоркарагарда - 0,02 мг/м^3
   для метоксикарагарда - 0,03 мг/м^3
   для карагарда - 0,02 мг/м^3
5. Диапазон измеряемых концентраций:
   для метазина - 0,03-3,5 мг/м^3
   для хлоркарагарда - 0,02-3,0 мг/м^3
   для метоксикарагарда - 0,3-3,5 мг/м^3
   для карагарда - 0,02-3,0 мг/м^3
6. Определению не мешают другие триазины (семерон, мезоранил и др.).
7. Граница суммарной погрешности измерений ± I0 - ± I2%.
8. Ориентировочно безопасный уровень воздействия метазина-I мг/м^3, карагарда-I мг/м^3.

2. Реактивы, растворы, материалы

Метазин, х.ч.
Хлоркарагард, х.ч.
Метоксихлоркарагард, х.ч.
Хлороформ, х.ч., ГОСТ 2I5-74
Ацетон, ч.д.а., ГОСТ 2603-79
Натрий сернокислый безводный, ч.д.а., ГОСТ 4I66-76
Газообразный азот в баллонах с редуктором, МРТУ 80237-585
Метилсиликон ХЕ-60, нанесенный в количестве 5% на силанизированный хроматон N-AW (размер частиц 0,I6-0,2 мм,
Метилсилоксан SE-30, нанесенный в количестве 5% на силанизированный хроматон N-AW (0,I6-0,2 мм)
3% версамид 900, нанесенный на хроматон N-AW (0,I6-0,2 мм)
Фильтры "синяя лента", ТУ 6-08-I678-77
Стандартные растворы метазина, хлоркарагарда, метоксихлоркарагарда в ацетоне концентрации I00 мкг/мл и I0 мкг/мл.

3. Приборы и посуда

Хроматограф "Цвет" или аналогичный прибор, снабженный термионным детектором
Аспирационное устройство
Фильтродержатели
Прибор для отгонки растворителя, ТУ 25-II-9I7-74, тип ИР-1М
Колбы мерные на 25, I00 мл, ГОСТ I770-74
Колбы круглодонные на I00 мл, ГОСТ I0394-72
Стаканы химические на I00 мл, ГОСТ I0394-72
Пипетки на 0,I; I; 5; I0 мл, ГОСТ 20292-74
Воронки химические, ГОСТ 86I3-75
Стеклянная хроматографическая колонка I000 х 3 мм
Микрошприцы МШ-I0 с ценой деления 0,2 мкл.

4. Условия отбора проб воздуха

Исследуемый воздух со скоростью 5 л/мин протягивают через фильтр "синяя лента", предварительно промытый ацетоном или хлороформом и высушенный. Для определения I/2 ПДК препаратов достаточно отобрать 50 л воздуха.

5. Условия анализа

Фильтры переносят в коническую колбу и экстрагируют хлороформом или ацетоном трижды по 25–30 мл, периодически встряхивая. Объединенные экстракты фильтруют через воронку с безводным сульфатом натрия и упаривают досуха на приборе для отгонки растворителя. Сухой остаток растворяют в I мл ацетона и хроматографируют аликвоту (3–5 мкл).

Условия хроматографирования:

Длина колонки	-I м
Диаметр колонки	-3 мм
Твердый носитель	-Хроматон N-AW
Жидкая фаза	-5% XE-60; 5% SE-30; 3% верзамид 900
Температура термостата колонок	-I85°C
Температура испарителя	-225°C
Газ-носитель	-Азот
Скорость газа-носителя на выходе из колонки	-20–22 мл/мин
Скорость потока водорода	-I4–I7 мл/мин
Скорость потока воздуха	-400 мл/мин
Рабочая шкала электрометра	-IxI0^{-I0}a
Скорость диаграммной ленты	-0,4 см/мин
Объем вводимой пробы	-3–5 мкл

Время удерживания:

	5% XE-60	5% SE-30	3% верзамид 900
Метазин	I0мин30сек	7мин 3сек	9мин I0сек
Хлоркарагард	6мин I0сек	2мин 40сек	5мин 40сек
Метоксикарагард	4мин 50сек	2мин 40сек	4мин 40сек

Неподвижные фазы 5% XE-60 и 3% верзамид 900 позволяют раздельно определять оба компонента карагарда (ГС-I3529 и ГС-I4259). Колонка же 5% SE-30 может быть использована для суммарного определения компонентов карагарда.

Концентрацию препаратов (х) в воздухе в мг/м^3 рассчитывают методом соотношения со стандартом по площади пика по формуле

$$X = \frac{q \times S_2 \times V_2}{V_{20} \times S_1 \times V_1}$$, где:

q - количество вещества в стандартном растворе, введенном в хроматограф, мкг;

S_1 - площадь пика препарата в пробе, мм^2 ;

S_2 - площадь пика препарата в стандартном растворе, введенном в хроматограф, мм^2;

V_1 - объем пробы, введенный в хроматограф, мкл ;

V_2 - общий объем пробы, мл ;

V_{20} - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

6. Требования безопасности

Необходимо соблюдать правила предосторожности, принятые при работе с ядовитыми и взрывоопасными веществами.

УII. Разработчики.

Петросян М.С., Степанян М.С., Макарян А.М.
Армянский филиал ВНИИГИНТОКС,а г.Ереван

gost.e-ecolog.ru