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

Часть 17-я

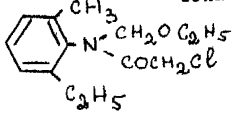
Данные методики апробированы и рекомендованы в качестве официальных Группой экспертов при Госкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками

Москва — 1988

gost.e-ecolog.ru

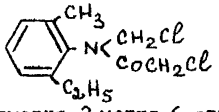
"УТВЕРЖДАЮ"
Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР
А.И. ЗАЙЧЕНКО
"21" ноября 1985 г.

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ АЦЕТАЛА И ЕГО ПОЛУПРОДУКТА N-ХЛОРМЕТИЛ-2-МЕТИЛ-ЭТИЛ-6-ЭТИЛХЛОРАЦЕТАНИЛИДА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



М.м. 269,765

Ацетал - 2-хлор-N-этоксиметил-2-метил-6-этилацетанилид - жидкость светло-желтого цвета с Ткип. 125°С при 0,3 мм рт.ст.; в воде практически нерастворим, хорошо растворим в органических растворителях (этаноле, эфире, ацетоне, бензоле, хлороформе). Упругость пара при 20°С - $1{,}18 \cdot 10^{-5}$ мм рт.ст. Ацетал является предвсходовым гербицидом на посевах картофеля, кукурузы в дозе 2-6 кг/га. При производстве в воздухе рабочей зоны может находиться в виде паров.



М.м. 259,12

N-хлорметил-2-метил-6-этилхлорацетанилид - кристаллическое вещество белого цвета с Т. плавления 82-85°С. Практически нерастворим в воде; хорошо растворим в органических растворителях (хлороформе, бензоле, гексане). Используется как полупродукт в синтезе гербицида ацетал. При производстве в воздухе рабочей зоны может находиться в виде паров и аэрозоли

I. Характеристика метода

I. Определение основано на использовании газожидкостной хроматографии на приборе с пламенно-ионизационным детектором.

2. Отбор проб проводится с концентрированием на последовательно соединенные аэрозольный фильтр АФА-ХА и поглотитель с зернением сорбентом.

3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы 0,025 мкг.

4. Предел измерения в воздухе 0,25 мг/м^3 для ацетона и 0,2 мг/м^3 для N-хлорметил-2-метил-6-этилхлорацетанилида.

5. Диапазон измеряемых концентраций от 0,25 до 5,0 мг/м^3 для ацетала и от 0,2 до 5,0 мг/м^3 для N-хлорметил-2-метил-6-этилхлорацетанилида.

6. Определению не мешают все сопутствующие в производстве вещества (N-метилен-2-метил-6-этиланилин, хлорангидрид монохлоруксусной кислоты и др.)

7. Граница суммарной погрешности определения ±6,2% для ацетала и ±4,6% для N-хлорметил-2-метил-6-этилхлорацетанилида.

8. Предельно-допустимые концентрации в воздухе рабочей зоны не установлены.

II. Реактивы, растворы, материалы

Ацетал (синтезирован во ВНИТИГ)

N-хлорметил-2-метил-6-этилхлорацетанилид (синтезирован во ВНИТИГ)

Диэтиловый эфир фталевой кислоты "ч" ТУ 6-09-3663-74

Стандартные растворы ацетала, N-хлорметил-2-метил-6-этилхлорацетанилида и диэтилфталата с концентрацией I мг/мл готовят растворением навесок 0,0100 г в 10 мл гексана. Для более быстрого и полного растворения N-хлорметил-2-метил-6-этилхлорацетанилида раствор подогревают. Стандартные растворы устойчивы в течение трех суток

Гексан "ч", ТУ 6-09-3375-78

Натрий сернокислый безводный ГОСТ 4166-76

Твердый носитель - хроматон N-AW-ДМСS (фр.0,20-0,25 мм)

Неподвижная жидкая фаза - нитрилсиликон ХЕ-60 производства ЧССР

Азот технический, ГОСТ 9293-74 в баллоне с редуктором

Водород технический, ГОСТ 3022-70 в баллоне с редуктором

Силикагель КСК с размером частиц 0,25-0,50 мм, ГОСТ 3956-76

Силикагель кипятят с разбавленной серной кислотой (I:I) в течение 3-4 ч., затем промывают сначала горячей водопроводной и далее дистиллированной водой до нейтральной реакции промывных вод и удаления следов хлоридов (проба с нитратом серебра). Затем силикагель нагревают при 200-250°С в течение 3-4 ч. Силикагель можно использовать неоднократно, промывая его ацетоном.

Ш. Посуда и приборы

Аспирационное устройство , ТУ 64-I-862-77
Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором и стеклянными колонками (I30 х 0,4 см)
Микрошприц емкостью I0 мкл , ТУ 2-833-I06
Испаритель ротационный ИР-I ТУ 25-II-917-74
Колбы грушевидные для отгонки растворителя емкостью I00 мл
Стаканы химические емкостью I00 мл , ГОСТ I0394-72
Колбы мерные, цилиндр ГОСТ I770-74
Пипетки различной емкости ГОСТ 20292-74
Поглотительный прибор для зерненных сорбентов в кипящем слое со стеклянной пористой пластинкой
Колбы конические с притертыми пробками емкостью I00 мл, ГОСТ I770-74
Воронки химические (d 56 мм) ГОСТ 8613-75
Аэрозольный аналитический фильтр АФА-ХА, помещенный в патрон

IУ. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 3-4 л/мин аспирируют через последовательно соединенные аэрозольный фильтр АФА-ХА, помещенный в патрон, и поглотительный прибор для зерненных сорбентов, содержащих I,5-2,0 г силикагеля. Для анализа отбирают I00-I20 л воздуха. Пробы можно хранить в течение трех суток.

У. Условия анализа

Неподвижную жидкую фазу ХЕ-60 в количестве 5% от веса носителя растворяют в хлороформе и в полученный раствор вносят хроматон N-AW-ДМСS , просеянный через сито (фр.0,20-0,25 мм), перемешивают до улетучивания основного количества растворителя. Остатки растворителя удаляют выпариванием на водяной бане при температуре 70-80°С. Можно использовать готовую наседку производства ЧССР с содержанием 5% ХЕ-60 на хроматоне N-AW-ДМСS (фр.0,20-0,25 мм).

Приготовленной или готовой насадкой заполняют хроматографическую колонку механическим способом и стабилизируют в токе газа-носителя при температуре 200°С в течение 6-7 ч.

Силикагель из поглотительного прибора высыпают в колбу, поглотительный прибор промывают 3 раза по 5 мл ацетоном, сливая его в колбу с силикагелем. Добавляют 30 мл ацетона, колбу ставят в горячую водяную баню на I5 мин, а затем энергично встряхивают в течение I5 мин. Ацетон осторожно оливают через бумажный фильтр

в отгонную колбу, силикагель заливают еще дважды 20 мл ацетона и встряхивают 10 мин. Ацетон также сливают через бумажный фильтр в отгонную колбу и отгоняют на ротационном испарителе до объема 0,5-1 мл.

Аэрозольный фильтр извлекают из патрона, помещают в коническую колбу и заливают 30 мл гексана, энергично встряхивают в течение 5 мин. Экстракт сливают в отгонную колбу, содержащую смыв с силикагеля. Экстракцию повторяют дважды порциями гексана по 10 мл Экстракты объединяют в отгонной колбе, растворитель отгоняют на ротационном испарителе до объема 0,5-1 мл, затем в токе воздуха-досуха. В остаток вносят 0,05 мг внутреннего стандарта (0,05 мл стандартного раствора диэтилфталата), доводят до объема 0,5-1 мл гексаном. Аликвоту полученного раствора хроматографируют при следующих условиях:

- колонка стеклянная размером 130 х 0,4 см;
- стационарная жидкая фаза: 5% нитрилсиликона ХЕ-60 на хроматоне N-AW-ДМСЗ (фр.0,20-0,25 мм);
- температура термостата колонок 190°С;
- газ-носитель: азот технический;
- скорость газа-носителя - 60 мл/мин;
- скорости вспомогательных газов:
  водорода 50 мл/мин
  воздуха 500 мл/мин
- скорость диаграммной ленты 220 мм/ч
- шкала электрометра 100 х 10^{-12}а;
- объем вводимой пробы 2 мкл

Время удерживания:

- диэтилфталата 3,2 мин;
- N-хлорметил-2-метил-6-этилхлорацетанилида - 6 мин;
- ацетала 9,1 мин

Для расчета хроматограмм строят калибровочный график, выражающий зависимость отношений высот пиков компонента и внутреннего стандарта от отношений соответствующих количеств этих веществ (см.рис.1).

Для построения графика готовят следующие калибровочные смеси:

№№ смесей	Кол-во стандартного раствора диэтилфталата в мл	мкг	Кол-во стандартного раствора ацетанилида в мл	мкг	Кол-во стандартного раствора ацетала в мл	мкг	Количество гексана мл
I	0,5	500	0,25	250	0,25	250	3,0
2	0,5	500	0,50	500	0,50	500	2,5
3	0,5	500	0,75	750	0,75	750	2,0
4	0,5	500	I,00	I000	I,00	I000	I,5
5	0,5	500	I,25	I250	I,25	I250	I,0
6	0,5	500	I,50	I500	I,50	I500	0,5
7	0,5	500	I,75	I750	I,75	I750	-

Содержание компонента (X) в мг/м^3 в воздухе вычисляют по формуле:

$$X = \frac{A}{V}$$, где

A - количество компонента в пробе, найденное по калибровочному графику, мг;

V - объем воздуха, взятый для анализа, приведенный к нормальным условиям, м^3.

IУ. Требования безопасности

Соблюдать все правила безопасности при работе в химической лаборатории.

УП. Разработчики:

Пиленкова И.И., Юркова Р.Г., Фатьянова А.Д., Дегтева А.И. (Всесоюзный научно-исследовательский технологический институт гербицидов и регуляторов роста растений (ВНИТИГ), г.Уфа.

Методические указания апробированы в Киевском НИИ гигиены труда и профзаболеваний (т.Хохолькова Т.А.) и ВНИИОТСХ (т.Кливнова К.В., Плахова В.П.).

gost.e-ecolog.ru