СПРАВОЧНИК

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

В ДВУХ ТОМАХ

Том 2

МОСКВА ВО «АГРОПРОМИЗДАТ» 1992

gost.e-ecolog.ru

Утверждено 08.06.89 № 5048—89

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ДИХЛОРБЕНЗОЛОВ И БРОМДИОКСОЛАНА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ МЕТОДОМ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ*

Краткая характеристика препаратов. Дихлорбензол и бромдиоксолан — исходные и промежуточные продукты при синтезе фунгицидов, в воздухе рабочей зоны могут находиться в виде паров. Физико-химические свойства веществ приведены в таблице 183.

---

* Разработаны Ф. И. Патрашку, В. Н. Андроник, М. А. Прибыч (ВНИИ БМЗР).

183. Физико-химические свойства дихлорбензолов и бромдиоксолана

Вещество, химическое название, агрегатное состояние	Брутто-формула	Молекулярная масса	Температура кипения, °С	Давление паров, Па
о-Дихлорбензол (1,2-дихлорбензол), жидкость	$C_6H_4Cl_2$	147,01	179—180	107,2
м-Дихлорбензол (1,3-дихлорбензол), жидкость	$C_4H_4Cl_2$	147,01	172—173	165,8
п-Дихлорбензол (1,4-дихлорбензол), кристаллическое вещество	$C_4H_4Cl_2$	147,01	54—56*	152,4
Бромдиоксолан 2-бромметил-2-(2,4-дихлорфенил)-4-пропил-1,3-диоксолан, вязкая жидкость	$C_{13}H_{15}BrCl_2O_2$	354,09	102—105 6,6 Па	$7{,}0 \cdot 10^{-2}$

* Температура **плавления.**

Принцип метода. Определение основано на хроматографировании анализируемых соединений на неподвижной фазе ХЕ-60 с ДПР. Отбор проб воздуха с парами бромдиоксолана проводят с концентрированием (поглотители с ацетоном при охлаждении).

Пробы воздуха с парами дихлорбензолов отбирают в предварительно вакуумированные газовые пипетки и в хроматограф вводят определенные объемы пробы медицинским шприцем.

Метрологическая характеристика метода. Предел измерения в анализируемом объеме пробы: бромдиоксолана — 0,25 нг, дихлорбензолов — 2 нг. Предел измерений бромдиоксолана в воздухе (при отборе 30 л воздуха) 0,04 мг/м³. Предел измерения дихлорбензолов в воздухе 17,4 мг/м³. Диапазон измеряемых концентраций: бромдиоксолана — 0,04—0,1 мг/м³; дихлорбензолов — 17,4—72,6 мг/м³.

Избирательность метода. Определению в данных условиях не мешают другие галогенсодержащие соединения. Граница суммарной погрешности измерения: бромдиоксолана — 16,3—18,7%; дихлорбензолов — 15,6—19,3%.

Реактивы, растворы, материалы. *о*-, *м*- и *п*-Дихлорбензолы х. ч. Бромдиоксолан х. ч. Ацетон особой чистоты. Хлорид натрия ч. Хроматон N-AW-HMDS с 5% ХЕ-60 (0,16—0,20 мм). Азот газообразный особой чистоты в баллонах с редуктором. Стандартные растворы *о*-, *м*- и *п*-дихлорбензолов и бромдиоксолана в ацетоне с содержанием 1000, 100, 10 и 1 мкг/мл.

Приборы и посуда. Хроматограф «Цвет-106», снабженный ДПР. Ротационный вакуумный испаритель или аналогичный. Баня водяная с регулируемой температурой. Колбы: мерные вместимостью 50, 100 и 250 мл; круглодонные или грушевидные на 50, 100 и 250 мл. Стаканы химические вместимостью 300 и 500 мл. Пробирки градуированные на 5, 10, 15, 20, 25 мл. Пипетки на 0,1; 0,2; 1; 2; 5; 10 мл с делениями. Микрошприц. Шприц медицинский на 2, 5 и 10 мл. Поглотительные сосуды. Поглотитель с пористой перегородкой типа Рыхтера. Пипетки газовые вместимостью 0,5 л. Бутыли вместимостью 10 и 20 л. Сосуд с боковым сливом на 10 л.

184. Температура колонки и время удерживания анализируемых веществ

Вещество	Температура колонки, °С	Время удерживания
о-Дихлорбензол	84	11 мин 33 с
м-Дихлорбензол	84	8 мин 11 с
п-Дихлорбензол	84	9 мин 07 с
Бромдиоксолан	195	9 мин 25 с

Отбор и обработка проб воздуха. При определении бромдиоксолана поглощение его паров из воздуха проводят в ацетон при охлаждении. Воздух отбирают в предварительно вакуумированные бутыли на 10 или 20 *л*. Воздух из бутыли вытесняют водой со скоростью 0,75 *л*/мин и пропускают через охлаждаемую систему поглотителей, состоящую из одного поглотителя типа Рыхтера и двух других поглотителей, в которые предварительно наливают соответственно 15, 7 и 7 мл ацетона. Ацетон из поглотителей переносят в грушевидную колбу на 50 мл, а поглотители тщательно дважды промывают ацетоном порциями по 2—3 мл, который также переносят в грушевидную колбу. Растворитель отгоняют на ротационном испарителе досуха, причем последние капли его удаляют вращением колбы в руках. Остаток вновь растворяют в 1—2 мл ацетона и полученный раствор подвергают в дальнейшем газохроматографическому анализу.

При определении дихлорбензолов отбор проб воздуха проводят в газовые пипетки общепринятыми методами. В хроматограф вводят 1—2 мл пробы медицинским шприцем. Высоты пиков сравнивают с градуировочным графиком, построенным на стандартных смесях.

Условия определения. Газохроматографическое определение проводят на хроматографе «Цвет-106» с ДПР. Колонка стеклянная длиной 3 м и внутренним диаметром 4 мм, заполненная хроматоном N-AW-HMDS (0,16—0,20 мм) с 5% ХЕ-60. Скорость потока продувочного газа (азот особой чистоты) 160 мл/мин, скорость потока газа-носителя 50 мл/мин. Температурный режим устанавливается для испарителя 170 и 220 °С, для детектора — 150 и 250 °С при определении дихлорбензолов и бромдиоксолана соответственно. Температура колонки и время удерживания приведены в таблице 184.

Хроматографирование проводят на шкалах $200 \cdot 10^{-12}$ А, $50 \cdot 10^{-12}$ А электрометра ИМТ-05. В хроматограф вводят поочередно стандартный и анализируемый растворы в количестве 2—6 мкл, причем соотношение подбирают таким образом, чтобы высоты пиков были примерно одинаковыми.

Концентрацию бромдиоксолана в воздухе (X, мг/м^3) определяют по формуле

$$X = \frac{H_{пр} C_{ст} V_{ст} V_2}{H_{ст} V_1 V_{20}},$$

где $H_{пр}$, $H_{ст}$ — высоты пиков хроматографируемой пробы и стандартного раствора соответственно, мм; $C_{ст}$ — концентрация стандартного раствора, нг; $V_{ст}$ — объем стандартного раствора, вводимого в хроматограф, мкл; V_1 — объем пробы, вводимой в хроматограф, мкл; V_2 — общий объем пробы, мл; V_{20} — объем воздуха, отобранного для анализа и приведенного к нормальным условиям, *л*.

Построение градуировочных графиков для определения дихлорбензолов в воздухе. Для построения градуировочных графиков готовят градуировочные смеси разбавлением аликвотного объема стандартной газовой смеси. В случае *о*-дихлорбензола в вакуумированную мерную колбу на 0,5 *л*, снабженную пробкой с резиновой прокладкой, микрошприцем впрыскивают 4 мкл чистого

185. Данные для построения градуировочных графиков при определении дихлорбензолов в воздухе

Концентрация стандартной смеси, мкг/мл	Объем стандартной смеси, вводимой в хроматограф, мл	Масса препарата, мкг	Высота пика, мм
	о-Дихлорбензол		
$7{,}26 \cdot 10^{-2}$	0,5	$3{,}63 \cdot 10^{-2}$	34,4
$7{,}26 \cdot 10^{-2}$	1,0	$7{,}26 \cdot 10^{-2}$	81,8
$7{,}26 \cdot 10^{-2}$	1,5	$10{,}89 \cdot 10^{-2}$	127,8
$7{,}26 \cdot 10^{-2}$	2,0	$14{,}52 \cdot 10^{-2}$	162,4
	м-Дихлорбензол		
$17{,}4 \cdot 10^{-3}$	0,5	$8{,}7 \cdot 10^{-3}$	34,4
$17{,}4 \cdot 10^{-3}$	1,0	$17{,}4 \cdot 10^{-3}$	62,0
$17{,}4 \cdot 10^{-3}$	1,5	$26{,}1 \cdot 10^{-3}$	99,2

вещества, а затем впускают воздух. Через 2 ч из этой колбы отбирают 2 мл газовой смеси медицинским шприцем и вводят в другую вакуумированную мерную колбу вместимостью 250 мл. Таким образом создается стандартная газовая смесь концентрацией 7,26 мкг/мл.

Градуировочные смеси *м*-дихлорбензола готовят аналогичным образом, путем введения 2 мл исходной стандартной смеси в мерную колбу на 1 *л*. Создается концентрация, равная 17,4 мкг/мл.

В хроматограф вводят по 0,5; 1,0; 1,5 и 2,0 мл стандартных газовых смесей и строят градуировочный график по высотам пиков. В таблице 185 приведены данные для построения градуировочных графиков при определении *о*- и *м*-дихлорбензолов.

Концентрацию дихлорбензолов в воздухе (X, мг/м^3) определяют по формуле

$$X = \frac{GV_2}{V_{20}V_1},$$

где G — количество препарата, найденного по градуировочному графику в хроматографируемом объеме пробы воздуха, нг; V_1 — объем пробы воздуха, вводимый в хроматограф, мкл; V_2 — общий объем пробы, мл; V_{20} — общий объем пробы, приведенный к стандартным условиям, л.

gost.e-ecolog.ru