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

г. 16, р. II

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

Москва — 1987 г.

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного государственного санитарного врача СССР

_____ А.И.ЗАИЧЕНКО

" 27 " 04 1984 г.

№ 3018-84

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ АЛЬФА-3 В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

1. Краткая характеристика препарата

$$ClCH_2\overset{O}{\overset{\|}{C}}OCaO\overset{O}{\overset{\|}{C}}CH_2Cl$$

М.м. 227,0

$C_4H_4O_4Cl_2Ca$

Альфа-3 (действующее начало ди-d,l-хлорукусуснокислый кальций) в чистом виде белый кристаллический порошок с температурой плавления 195-197°С, хорошо растворим в воде и метаноле, хуже- в этаноле, практически не растворим в других органических растворителях. В воздухе может находиться в виде аэрозоля. ОБУВ в воздухе рабочей зоны 2 мг/м^3.

2. Методика определения альфа-3 в воздухе рабочей зоны.

2.1.Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Метод основан на метилировании альфа-3, получении эфира монохлорукусной кислоты и дальнейшем газохроматографическом определении на приборе с детектором по захвату электронов.

Отбор проб с концентрированием (фильтр "синяя лента").

2.I.2. Метрологическая характеристика

Предел измерения 0,08 мкг в 4 мкл раствора пробы,

Предел измерения в воздухе I мг/м^3 при отборе 20 л.

Диапазон измеряемых концентраций I,0-4,0 мг/м^3.

Граница суммарной погрешности измерения ± I2,I%.

2.I.3. Избирательность метода

Определению не мешают изомеры ГХЦГ, рогор, фозалон, базудин, бутифос и хлорат магния.

2.2. Реактивы, растворы, материалы

Ди-dd'-хлоруксусный кальций, хч.

Н-гексан, ч, ТУ 6-09-3375-78

Натрия сульфат безводный, хч, ГОСТ 4I66-76

Эфир диэтиловый, хч, ГОСТ 6262-79

Спирт метиловый, хч, ГОСТ 6995-77, абсолютный

Диметилсульфат, хч, ГОСТ ,5% раствор в абсолютном метиловом спирте

Твердый носитель хроматон N-AW -ДМCS , 0,I6-0,20мм

Жидкая неподвижная фаза SE-30

Фильтры бумажные, "синяя лента", ТУ 6-09-I678-77

Газообразный азот, ОСЧ, в баллоне с редуктором, ГОСТ 9293-74

Стандартный раствор альфа-3 в метаноле, содержащий I00 мкг/мл действующего начала. Для этого I0 мг альфа-3 растворяют в метаноле в мерной колбе на I00 мл. Срок хранения стандартного раствора I месяц.

2.3. Приборы и посуда

Хроматограф с детектором по захвату электронов

Аспирационное устройство

Фильтродержатели

Хроматографическая колонка стеклянная, длиной 2 м и внутренним диаметром 3,5 мм, наполненная хроматоном N-AW -ДМCS с 5% SE-30.

Ротационный испаритель ИР-IМ с набором колб, ТУ 25II-9I7-74.

Холодильник Либиха

Микрошприц ИШ-I0

Секундомер ГОСТ 16820-71
Лупа и линейка измерительная
Посуда лабораторная, стеклянная, мерная по ГОСТ 1770-74

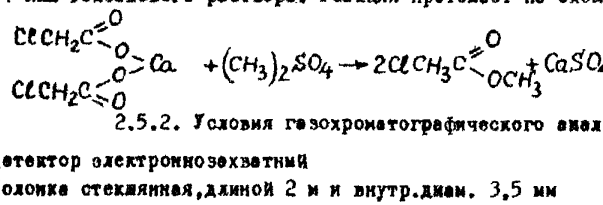
2.4. Отбор проб

Воздух со скоростью 20 л/мин протягивают через фильтр. Для определения 1/2 ОБУВ следует отобрать 20 л воздуха. Срок хранения отобранных проб 20 дней.

2.5. Проведение определения

2.5.1. Подготовка проб к анализу

Фильтр с пробой помещают в химический стакан и трижды обрабатывают метанолом по 20 мл в течение 10 мин, помешивая стеклянной палочкой. Объединенный экстракт упаривают в грушевидной колбе на ротационном испарителе. Сухой остаток метилируют диметилсульфатом. К сухому остатку в колбе приливают 3 мл 5% раствора диметилсульфата в абсолютном метиловом спирте, тщательно смывают стенки колбы, прибавляют 1 г безводного сернокислого натрия. Присоединяют к колбе обратный холодильник и помещают ее на 10 мин в водяную баню при температуре 55°С. После окончания реакции метилирования содержимое колбы охлаждают, прибавляют 3 мл насыщенного водного раствора хлористого натрия, 1 мл гексана, несколько раз энергично встряхивают и после отделения органической фазы вводят в испаритель хроматографа 4 мкл гексанового раствора. Реакция протекает по схеме:



2.5.2. Условия газохроматографического анализа

Детектор электроннозехватный
Колонка стеклянная, длиной 2 м и внутр.диам. 3,5 мм
Набивка колонки хроматон N-AW -ДМСS + 5% SE-30
Температура термостата колонки 80°С, детектора 150°С, испарителя 150°
Газ-носитель Азот, ОСЧ, скорость потока 50 мл/мин
Объем вводимой пробы в испаритель 4 мкл.

Шкала усилителя $0,25 \times 10^{-10}$а

Скорость диаграммной ленты 360 мм/час

Время удерживания альфа-3 (продукта метилирования)-2,5мин

Количественное определение проводят по градуировочному графику, для построения которого берут в грушевидные колбы по 60 мл стандартных растворов альфа-3 в метаноле, содержащих 20, 50, 75, 100 мкг действующего вещества, испаряют досуха на ротационном вакуумном испарителе и метилируют как описано выше. Вводят в хроматограф по 4 мкл растворов. Измеряют на хроматограммах высоты (или площади) пиков продукта метилирования (метилового эфира монохлоруксусной кислоты), вычисляют среднее значение из пяти параллельных определений и строят график зависимости высот (или площадей) пиков от содержания дихлоруксусного кальция.

2.5.3. Обработка результатов анализа

Концентрацию альфа-3 (X) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{G}{V_{20}} \frac{мг}{м^3}, \text{ где:}$$

G- количество альфа-3,найденное по градуировочному графику,мкг

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

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, отделах санитарно-эпидемиологических учреждений системы МЗ СССР № 2455-81 от 20.10.81 г.

4. Разработчики

Тарасов В.В.,Ахунова Н.Ш.,Умарова Н.Н. (Узбекский НИИ санитарии,гигиены и профзаболеваний), Рахман-Заде Я.З.(Ташкентский институт инженеров ирригации и механизации сельского хозяйства)