

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ УЗБЕКСКОЙ ССР

УЗБЕКСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
САНИТАРИИ, ГИГИЕНЫ И ПРОФИЛАКТИКИ

"УТВЕРЖДАЮ"

Главный Государственный санитарный
врач Узбекской ССР

18 июня 1978г.

М.К.ШАРИПОВ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ГЕКСАХЛОРАНА В АТМОСФЕРНОМ ВОЗДУХЕ

ТАШКЕНТ - 1978г.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

составлены младшим научным сотрудником и старшим научным сотрудником Узбекского научно-исследовательского института санитарии, гигиены и профзаболеваний Т.С.ХАСАНОВЫМ и В.В.ТАРАСОВЫМ

ГХЦГ - белый кристаллический порошок, плохо растворим в воде (10 мг/л), т.пл. 112,8°. Летучесть при 20° - 0,009 мг/м³, при 25° - 1,15 мг/м³, при 30° - 1,8 мг/м³. Удельный вес при 25° - 1,85-1,9. Давление паров при 20° - 9,4 · 10⁻⁶ мм.рт.ст. Растворим в органических растворителях. Устойчив на воздухе, в воде, на свету.

Выпускается в формах 50%-ного с.п., 90%-ного технического препарата, 46%-ного к.э. 2-4%-ного мелкозернистого гранулированного препарата, 2%-: 0,0 крупнозернистого гранулированного препарата.

Применяется в качестве инсектицида комплексного действия. 90%-ный технический гамма-изомер - для предпосевной обработки семян сельскохозяйственных культур.

И. Общая часть

1. Метод основан на поглощении ГХЦГ из воздуха на фильтр АФА и силикагель с последующей экстракцией препарата гексаном, удалении растворителя и последующей газохроматографической определении гексанового раствора ГХЦГ с детектором электронного захвата (ДЭЗ).

2. Чувствительность метода 0,002 мкг в 1 мл анализируемого раствора.

3. Время анализа 3 минуты

II. Реактивы и аппаратура.

4. Ацетон перегнанный ГОСТ 26-03-63

Стандартный раствор ГХЦГ в гексане 0,1 мкг/мл.

Этанол ГОСТ 5962-51

Гексан ТУ 6-09-3375-73

10% водный раствор бикарбоната натрия.

Твердый носитель - хроматон - $\sqrt{10}$, 16-0, 20 мм.

Жидкая фаза - СВ 30.

5. Применяемая аппаратура и посуда

Хроматограф "Цвет-5" с детектором по захвату электронов

Электроаспиратор

Водяная баня

Гофрированные трубки с силикагелем КСХ^X) (размер частиц)

0,3-0,5 мк

Гофрированная трубка заполняется 1,5-1,8 г силикагеля, закрывается с обоих концов проволочными колонками. Фильтр АФА с фильтродержателями.

Стеклоаналитическая колонка (1 м. х 0,35 см.)

Пробирки с притертыми пробками, ГОСТ 1770-59

Пипетки ГОСТ 1770-59, емкостью 1,0; 2,0; 5,0 и 10,0 мл с делениями 0,01; 0,05; 0,1.

Фарфоровые чашки.

Колбы мерные ГОСТ 1770-59, емкостью 50 мл

Микрошприц на 10 мкл типа МШ-10

III. Подготовка хроматографической колонки

6. Приготовление насадки

30 гр хроматонол^л, высушенного в термостате при 120° в течение 2 часов, заливает в фарфоровой чашке ацетоновым раствором силиконового эластомера СВ-30 (0,9 гр эластомера растворить в 100 мл ацетона). Перемешивают всю массу стеклянной палочкой (осторожно, чтобы не нарушить зёрнышки сорбента) и выпаривают ацетон при помешивании на водяной бане, остаток ацетона удаляют в сушильном шкафу при 100° в течение 2-х часов (до исчезновения запаха).

Приготовленную насадку хроматонол/43% SE-30 хранят в склянке с притертой пробкой.

7. Заполнение колонки.

Стекланная колонка длиной I метр с внутренним диаметром 3,5 мм предварительно промывается последовательно раствором соды, дистиллированной водой, этанолом, хлороформом, эфиром и ацетоном, а затем после продувки в токе азота, ставится на 2 часа в термостат при 100° . После чего короткий конец стеклянной колонки закрывается стеклянной латой и подводится к вакуумному насосу, через длинный конец колонки с помощью воронки насыщается приготовленная насадка (хроматонол/43% SE-30).

При включенном насосе и легкой газетизации по поверхности колонки ребристой частью пинцета производится равномерная набивка колонки и закрывают второй конец каучуком из резиновой ваты (длинный конец колонки заполняется насадкой не до конца, незаполненной остается часть, которая входит в испаритель).

Кондиционирование колонки проводится в термостате хроматографа при скорости азота I л/час и температуре 210° в течение 3 часов (детектор не подключен).

IV. Условия хроматографического определения

8. Хроматограф "Цвет-5".

Стекланная колонка (I м х 0,35 см) с хроматононом л/43% SE-30

Газ носитель-азот, скорость 10 мл/14 сек.

Детектор электронного захвата

Температура термостата колонок 190°C .

Температура термостата детектора - 220°

Температура испарителя - 210°

Шкала усилителя 0,25 ° Юа⁻¹⁰

Время анализа - 3 минуты

У. Отбор проб воздуха.

Для поглощения ГХЦГ 40 л воздуха со скоростью 2 л/мин протягивают через фильтр АФА-В-18 и гофрированную трубку с силикагелем в течение 30 минут.

У1. Ход анализа

9. К гофрированной трубке с силикагелем присоединяют на стык вебольшую воронку и промывают силикагель 20 мл гексана. Воронку следует присоединить к тому концу трубки, который был соединен с аспиратором. Гексановую вытяжку собирают в колбу на 50 мл, в которой помещен фильтр. Колбу интенсивно встряхивают в течение 5 минут. Фильтр помещают в воронку и промывают дополнительно 10 мл гексана, затем гексан испаряют с помощью испарителя под вакуумом до объема 1-2 мл. Предварительно строят график зависимости площади пика от концентрации ГХЦГ полученной при вводе в хроматограф последовательно 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 мкл стандартного раствора, ГХЦГ в гексане. Время удерживания ГХЦГ равно 1'30". Количественная оценка хроматограмм проводится по калибровочному графику и по соотношению зависимости площади пика от концентрации стандартного р-ра и пробы (рис.1).

10. Расчет количества ГХЦГ в пробе воздуха проводится по формуле:

$$X = \frac{C \cdot a}{b \cdot V_0 \cdot 1000}, \text{ где}$$

X - концентрация ГХЦГ в воздухе в мг/м³.

C - содержание ГХЦГ в мкг, найденное по калибровочному графику.

a - объем пробы в мл

v - объем пробы, вводимой в испаритель в мл.

V_0 - объем отобранного воздуха в л., приведенный к нормальным условиям.

$$\text{дан: } X = \frac{C \cdot \delta \cdot 2 \cdot a}{S_1 \cdot v \cdot V_0 \cdot 1000}, \text{ где}$$

X - концентрация ГХЦГ в воздухе в мг/м^3

C - количество препарата в стандартном растворе, введенном в хроматограф в мкг.

S_1 - площадь пика стандартного раствора препарата введенного в хроматограф в мкг.

S_2 - площадь пика препарата в пробе, мг^2 .

v - объем экстракта, введенного в хроматограф в мкг.

a - общий объем экстракта после упаривания мл.

V_0 - объем отобранного воздуха в литрах, приведенным к нормальным условиям.

Приложение I
к Положению о порядке
внедрения достижений
медицинской науки в
практику здравоохранения

Отрывной лист учета
использования методов профилактики, диагностики и лечения

Направить по подчиненности (копию составителю, см. пункт I)

1. Методические указания по определению гексахлорана в атмосфере
(наименование методического документа)
ном воздухе разработаны научными сотрудниками Узбекского научно-
исследовательского института санитарии, гигиены и профзащиты
Т. С. ХАРАЛДОВИЧ и В. В. ТАРАСОВИЧ
г. Ташкент-56 ул. Цюльковского-325
2. Главным Государственным санитарным врачом Узбекской ССР
(кем и когда утвержден) М. К. ШАРИПОВИЧ от 18 июня 1976 г.
3. _____
(кем и когда получен)
4. Количество лечебно-профилактических учреждений, которые внедрили методы профилактики, диагностики и лечения, предложенные документом _____
5. Формы внедрения (семинары, подготовка и переподготовка специалистов, сообщения и пр.) и результаты применения метода (количество наблюдений за I год и эффективность) _____

6. Замечания и пожелания (текст)

Подпись _____
(Должность, ф. и. о. лица, заполнявшего карту).

Примечание: пункты 1 и 2 печатаются в соответствии с изданным документом, 3, 4, 5, 6 - заполняются учреждением, применившим метод.

Р. 000012 Подписано . печати 10.07.78

Зак. 66-ч Тираж 150 1978 г.

Отпечатано Ташполитрафкомбинате. Ташкент, Навои, 30.