

**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**

ч. 16, р. II

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

Москва — 1987 г.

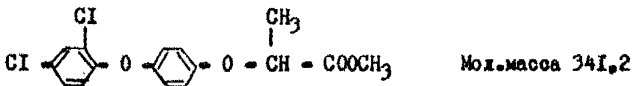
"УТВЕРЖДАЮ"  
ЗАМЕСТИТЕЛЬ ГЛАВНОГО  
ГОСУДАРСТВЕННОГО СА-  
НИТАРНОГО ВРАЧА СССР

А.И.ЗАМЧЕНКО

27 н о я б р я 1984г.  
№3152-84

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ  
КОНЦЕНТРАЦИЙ ИЛЛОКСАНА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

1. Краткая характеристика препарата.



Действующее начало препарата - метиловый эфир 2-(4'-(2,4''-Дихлор-фенокси)-фенокси)-пропионовой кислоты.

В чистом виде - белое кристаллическое вещество с температурой плавления  $39 - 41^\circ\text{C}$  и температурой кипения  $175 - 176^\circ\text{C}$  (при  $0,1$  мм.рт.ст.). Давление насыщенных паров при  $20^\circ\text{C}$  составляет  $22,5 \cdot 10^{-2}$  мм.рт.ст., при  $30^\circ\text{C}$   $75 \cdot 10^{-2}$  мм.рт.ст., при  $54^\circ\text{C}$   $22,5$  мм.рт.ст. Хорошо растворим в пентане, гексане, изооктане, ацетоне, эфирах и других органических растворителях. Растворимость в воде при  $22^\circ\text{C}$  составляет  $0,005$  г в  $100$  мл. В воздухе может находиться в виде аэрозоля. ОБУВ в воздухе рабочей зоны  $0,5$  мг/м<sup>3</sup>.

2. Методика определения иллоксана в воздухе рабочей зоны.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Определение основано на использовании газожидкостной хроматографии с одним из селективных радиоизотопных детекторов: электронно-захватным (ЭЗД) или ионизационно-резонансным детектором (ИРД).

Отбор проб с концентрированием.

### 2.1.2. Метрологическая характеристика.

Предел измерения  $5 \cdot 10^{-4}$  мкг в 2 мл анализируемого объема.

Предел измерения в воздухе  $0,05 \text{ мг/м}^3$  при отборе 25 л.

Диапазон измеряемых концентраций  $0,05 - 25 \text{ мг/м}^3$ .

Границы суммарной погрешности не превышают 20%.

### 2.1.3. Избирательность метода.

Определению не мешают наполнители технического препарата.

### 2.2. Реактивы, материалы, растворы.

Иллокан 36%.

Изооктан эталонный, ГОСТ 5.394-70.

Газообразный азот особой чистоты, ГОСТ 9293-73 в баллонах с редуктором.

Хроматографическая насадка: хроматон № AW ( $0,20 - 0,25 \text{ мм}$ ) в 5% ББ-30 или инертон-супер ( $0,12 - 0,16 \text{ мм}$ ) в 5% ХБ-60 производство "Спемарол", ЧССР.

Бумажный фильтр, синяя лента, ТУ 6-09-1678-77.

Стандартный раствор №1, содержащий 832 мкг/мл иллокана, готовят растворением навески препарата в 57,8 мг (в пересчете на чистый иллокан  $57,8 \times 0,36 = 20,8 \text{ мг}$ ) в мерной колбе с притертой пробкой в 25 мл изооктана. Хранят в холодильнике не более 6-ти месяцев.

Стандартный раствор №2, содержащий 1,0 мкг/мл иллокана, готовят разбавлением 0,3 мл стандартного раствора №1 в мерной колбе с притертой пробкой в 250 мл изооктана.

### 2.3. Приборы и посуда.

Хроматограф с электроинжекционным или ионизационно-резонансным детектором.

Колодка стеклянная длиной 1 м, внутренний диаметр 3 мм.

Аспирационное устройство.

Фильтродержатели.

Микровприц МШ-10М, ТУ 2-833-106.

Ротационный испаритель с набором колб ИР-1М, ТУ 2511-917-74.

Пробуда лабораторная стеклянная, мерная по ГОСТу 1770-74.

#### 2.4. Отбор проб

Воздух со скоростью 5 л/мин протягивают через фильтр, помещенный в фильтродержатель. Для определения I/2 ПДК следует отобрать 10 л воздуха. Фильтр после отбора пробы тот час обрабатывают изоктаном. Срок хранения проб в изоктане 10 дней.

#### 2.5. Проведение определения

##### 2.5.1. Подготовка прибора и проб к анализу

Хроматографическую колонку заполняют неподвижной фазой с применением вакуума и кондиционируют при температуре 200°C в течение 8 ч.

Общую подготовку хроматографа проводят согласно инструкции.

Фильтр переносят в коническую колбу на 100 мл, заливают 10 мл изоктана и экстрагируют, встряхивая 10 мин. Экстракт сливают в круглодонную колбу на 50 мл, а фильтр еще дважды промывают 5 мл изоктана.

Объединенные экстракты упаривают досуха на ротационном испарителе. Сухой остаток растворяют в 1 мл изоктана и 2 мл полученного раствора вводят в испаритель хроматографа через мембрану.

##### 2.5.2. Условия газохроматографического анализа.

Детектор электронно-захватный или ионизационно-резонансный.

Колонка стеклянная длиной 1 м и внутренним диаметром 3 мм.

Твердый носитель хроматон А-4W или микрон-супер

Жидкая фаза SE-30 (5%) или XE-60 (5%)

Температура колонки 220°C (для SE-30) или 210°C (для XE-60)

Температура испарителя 250°C

Температура детектора 230°C

|  |   |
|--|---|
| Газ-носитель                               | азот особой чистоты                     |
| Скорость потока газа-носителя              | 40 мл/мин                               |
| Скорость потока продувочного газа-носителя | 35 мл/мин                               |
| Шкала усилителя                            | $2 \cdot 10^{-13}$ А                    |
| Скорость диаграммной ленты самописца       | 600 мм/мин                              |
| Объем вводимой пробы                       | 2 мкл                                   |
| Время удерживания иллоксана                | 4,8 мин (на SE-30) и 3,3 мин (на XE-60) |

### 2.5.3. Обработка результатов анализа.

Количественное определение проводят методом сравнения анализируемых проб иллоксана с его стандартом по высотам пиков.

Для этого перед анализом проб и после их анализа вводят в хроматограф по 2 мкл стандартного раствора иллоксана И2, измеряют высоту пиков и вычисляют среднее арифметическое из 5-ти определений.

Концентрацию иллоксана в воздухе (X), мг/м<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{G \cdot H_2 \cdot V_I}{H_I \cdot V \cdot V_{20}}, \text{ где}$$

G - количество иллоксана в хроматографируемом объеме стандартного раствора, мкг;

H<sub>I</sub> - высота пика на хроматограмме стандарта, мм;

H<sub>2</sub> - высота пика на хроматограмме пробы, мм;

V<sub>20</sub> - объем воздуха, взятый для анализа и приведенный к стандартным условиям, л;

V - общий объем анализируемого раствора, мл;

V<sub>I</sub> - хроматографируемый объем пробы, мкл.

Если при введении в хроматограф пробы получаются слишком большие пики или происходит "зашкаливание" самописца, то готовят более разбавленные растворы, добавляя к части конечного раствора пробы известное

количество изооктана, что должно найти отражение в общем объеме анализируемого раствора (V).

### 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 и отделах санитарно-эпидемиологических учреждений системы МЗ СССР № 2455-81 от 20.10.81.

### 4. Разработчики

Марковская Т.В., к.х.н. Новицкий В.Ф., к.х.н. Перцовский А.Л.,  
Колесников В.С. (Белорусский НИ санитарно-гигиенический институт,  
Минск).