

**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
санитарного врача СССР

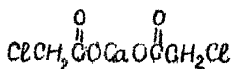
А.И.ЗАИЧЕМО

" 27 " 04 1984 г.

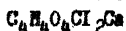
№ 3018-84

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

1. Краткая характеристика препарата



М.м. 227,0



Альфа-3 (действующее начало ди-*d,d'*-хлоруксуснокислый кальций) в чистом виде белый кристаллический порошок с температурой плавления 195-197°C, 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/м³.

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 монохлоруксусной кислоты и дальнейшем газохроматографическом определении на приборе с детектором по захвату электронов.

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

2.1.2. Метрологическая характеристика

Предел измерения 0,08 мкг в 4 мл раствора пробн.,
 Предел измерения в воздухе 1 мг/м³ при отборе 20 л.
 Диапазон измеряемых концентраций 1,0-4,0 мг/м³.
 Границы суммарной погрешности измерения $\pm 12,1\%$.

2.1.3. Избирательность метода

Определению не мешают изомеры ГХЦГ, прогор, фозалон, безудин,
 бутифос и хлорат магния.

2.2. Реактивы, растворы, материалы

Ди-*d,d'*-хлоруксусный кальций, хч,
 Н-гексан, ч, ТУ 6-09-3375-78
 Натрия сульфат безводный, хч, ГОСТ 4166-76
 Эфир диэтиловый, хч, ГОСТ 6262-79
 Спирт метиловый, хч, ГОСТ 6995-77, абсолютный
 Диметилсульфат, хч, ГОСТ .5% раствор в абсо-
 лютном метиловом спирте
 Твердый носитель хроматон N-AW -ДМС , 0,16-0,20мм
 Жидкая неподвижная фаза SE-30
 Фильтры бумажные, "синяя лента", ТУ 6-09-1678-77
 Газообразный азот, ОСЧ, в баллоне с редуктором, ГОСТ 9293-79
 Стандартный раствор альфа-3 в метаноле, содержащий
 100 мкг/мл действующего начала. Для этого 10 мг альфа-3 раство-
 ряют в метаноле в мерной колбе на 100 мл. Срок хранения стан-
 дартного раствора 1 месяц.

2.3. Приборы и посуда

Хроматограф с детектором по захвату электронов
 Аспирационное устройство
 Фильтродержатели
 Хроматографическая колонка стеклянная, длиной 2 м и внут-
 ренним диаметром 3,5 мм, наполненная хроматоном N-AW -ДМС
 с 5% SE-30.
 Ротационный испаритель ИР-1М с набором колб, ТУ 2511-917-
 74.
 Холодильник Либихе
 Микрошприц ИШ-10

Секундомер ГОСТ 16820-71

Лупа и линейка измерительная

Посуда лабораторная, стеклянная, мерная по ГОСТ 1770-74

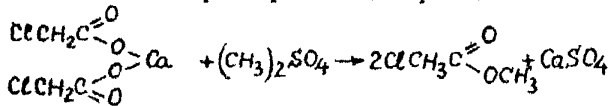
2.4. Отбор проб

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 смывает стенки колбы, прибавляет 1 г безводного сернистого натрия. Присоединяют к колбе обратный холодильник и помещают ее на 10 мин в водяную баню при температуре 55°C. 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 электроннозахватный

Колонка стеклянная, длиной 2 м и внутр. диам. 3,5 мм

Набивка колонки хроматон N-AW -DMCS + 5% SE-30

Температура ^{термостата} колонки 80°C, детектора 150°C, испарителя 150°C

Газ-носитель Азот, ОС4, 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 (продукте метилирования) — 2,5 мин

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

Концентрация альфа-3 (X) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{G}{V_{20}} \cdot \frac{M}{M^*}, \text{ где:}$$

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