

ГОСКОМИССИЯ ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ,
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ ПРИ МИНСЕЛЬХОЗЕ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ
В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

ЧАСТЬ XIV-я

Москва - 1964

"УТВЕРЖДАЮ"

Заместитель Главного Государственного санитарного врача СССР

А.И.Замченко

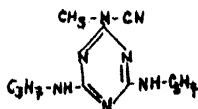
" 24 " августа 1987г.

№ 2869-83

Временные

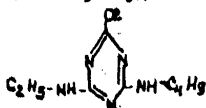
Методические указания

по газехроматографическому измерению концентраций метазина и компонентов гербицидной смеси карагарад в воздухе рабочей зоны.

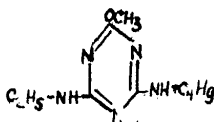


Метазин (действующее начало- 4,6-бис(изопропиламино)-2-(метилзаминно)-сим-триазины).

Карагард-гербицидная смесь, содержащая 25% хлоркарагарда и 25% метоксикарагарда.



Хлоркарагард (тербутлазин, действующее начало-2-трет-бутиламино-4-хлор-6-этиламино-сим-триазины).



Метоксикарагард (тербутетон, действующее начало-2-трет-бутиламино-4-метокси-6-этиламино-сим-триазины).

Соединение	Мол. масса	Физ. состояние	T _{пл.} °C	Растворимость	Товарная форма	Агрегатное состояние в воздухе
Метазин	249,2	белое крист. в-во	112,5	В воде: плохо (10мг/л), хорошо растворим в органических растворителях	50% с.п.	аэрозоль

1	2	3	4	5	6	7
Хлоркара- гард	229,8	белое крис- тал. в-во	178- 179	В воде: 8,5мг/л; 50,80% Хорошо раство- с.п., рим в органиче- кара- ских расті три- гард и телях др.	азрозоля	
Метокси- карагард	225,3	белое крис- тал. в-во	123- 124	В воде: 130мг/л; 50% с.п., Хорошо раство- кара- рим в органиче- гард ских раствори- и др. телях	азрозоля	

I. Характеристика метода

1. Определение основано на использовании газоидкостной хроматографии на приборе с термомонным детектором.
2. Отбор проб проводится с концентрированием (фильтр "силия лемта").
3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы:
для метазина - 0,005 мкг
для хлоркарагарда - 0,003 мкг
для метоксикарагарда - 0,005 мкг
для карагарда - 0,003 мкг
4. Предел измерения в воздухе (при отборе 50 л воздуха):
для метазина - 0,03 мг/м³
для хлоркарагарда - 0,02 мг/м³
для метоксикарагарда - 0,03 мг/м³
для карагарда - 0,02 мг/м³
5. Диапазон измеряемых концентраций:
для метазина - 0,03-3,5 мг/м³
для хлоркарагарда - 0,02-3,0 мг/м³
для метоксикарагарда - 0,3-3,5 мг/м³
для карагарда - 0,02-3,0 мг/м³
6. Определению не мешают другие триазины (семерон, мезоракл и др.).
7. Граница суммарной погрешности измерения $\pm 10 - \pm 12\%$.
8. Ориентировочно безопасный уровень воздействия метазина-1 мг/м³, карагарда-1 мг/м³.

2. Реактивы, растворы, материалы

Метазин, х.ч.

Хлоркарагард, х.ч.

Метоксикарагард, х.ч.

Хлороформ, х.ч., ГОСТ 215-74

Ацетон, ч.д.а., ГОСТ 2603-79

Натрий сернистый безводный, ч.д.а., ГОСТ 4166-76

Газообразный азот в баллонах с редуктором, МРТУ 80237-585

Метилсиликом ХЕ-60, нанесенный в количестве 5% на силикизи-
рованный хроматон N-AW (размер частиц 0,16-0,2 мм,

Метилсиликом SE-30, нанесенный в количестве 5% на силикизи-
рованный хроматон N-AW (0,16-0,2 мм)

3% перламид 900, нанесенный на хроматон N-AW (0,16-0,2 мм)

Фильтры "синяя лента", ТУ 6-08-1678-77

Стандартные растворы метазина, хлоркарагарда, метоксикарагарда
в ацетоне концентрации 100 мкг/мл и 10 мкг/мл.

3. Приборы и посуда

Хроматограф "Цвет" или аналогичный прибор, снабженный термомо-
ным детектором

Аспирационное устройство

Фильтродержатели

Прибор для отгонки растворителя, ТУ 25-17-917-74, тип ИР-14

Колбы мерные на 25, 100 мл, ГОСТ 1770-74

Колбы круглодонные на 100 мл, ГОСТ 10394-72

Стаканы химические на 100 мл, ГОСТ 10394-72

Пипетки на 0,1; 1; 5; 10 мл, ГОСТ 20292-74

Воронки химические, ГОСТ 8613-75

Стеклояная хроматографическая колонка 1000 x 3 мм

Микрошприцы МШ-10 с ценой деления 0,2 мкл.

4. Условия отбора проб воздуха

Исследуемый воздух со скоростью 5 л/мин протягивают через
фильтр "синяя лента", предварительно промытый ацетоном или хлор-
оформом и высушенный. Для определения 1/2 ПДК препаратов доста-
точно отобрать 50 л воздуха.

5. Условия анализа

Фильтры переносят в коническую колбу и экстрагируют хлороформом или ацетоном трижды по 25-30 мл, периодически встряхивая. Объединенные экстракты фильтруют через воронку с безводным сульфатом натрия и упаривают досуха на приборе для отгонки растворителя. Сухой остаток растворяют в 1 мл ацетона и хроматографируют аликвоту (3-5 мкл).

Условия хроматографирования:

Длина колонки - 1 м

Диаметр колонки - 3 мм

Твердый носитель - Хроматон N-AW

Жидкая фаза - 5% XE-60; 5% SE-30; 3% верзамид 900

Температура тер-

мостата колонок

- 185°C

Температура испари-

теля

- 225°C

Газ-носитель - Азот

Скорость газа-но-

сителя на выходе из
колонки

- 20-22 мл/мин

Скорость потока водо-

рода

- 14-17 мл/мин

Скорость потока возду-

ха

- 400 мл/мин

Рабочая шкала электро-

метра

- 1x10⁻¹⁰а

Скорость диаграмной

ленты

- 0,4 см/мин

Объем вводимой пробы - 3-5 мкл

Время удерживания:

	5% XE-60	5% SE-30	3% верзамид 900
Метазин	10 мин 30 сек	7 мин 30 сек	9 мин 10 сек
Хлоркарагард	6 мин 10 сек	2 мин 40 сек	5 мин 40 сек
Метоксикара-	4 мин 50 сек	2 мин 40 сек	4 мин 40 сек
гард			

Неподвижные фазы 5% XE-60 и 3% верзамид 900 позволяют надежно определять оба компонента карагарда (ГС-13529 и ГС-14259). Колонка же 5% SE-30 может быть использована для суммарного определения компонентов карагарда.

Концентрация *препаратов* (x) в воздухе в мг/м³ рассчитывают методом соотношения со стандартом по площади пика по формуле

$$x = \frac{y \times S_2 \times V_2}{V_{20} \times S_1 \times V_1}, \text{ где:}$$

- y - количество вещества в стандартном растворе, введенном в хроматограф, мкг;
 S₁ - площадь пика препарата в пробе, мм² ;
 S₂ - площадь пика препарата в стандартном растворе, введенном в хроматограф, мм² ;
 V₁ - объем пробы, введенный в хроматограф, мл ;
 V₂ - общий объем пробы, мл ;
 V₂₀ - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

6. Требования безопасности

Необходимо соблюдать правила предосторожности, принятые при работе с ядовитыми и взрывоопасными веществами.

VII. Разработчики.

Петрески М.С., Степанян И.С., Макарян А.Ш.
 Армянский филиал ВНИИГИНТОКС, а г.Ереван