

**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**

Часть 17-я

**Данные методики апробированы и рекомендованы в
качестве официальных Группой экспертов при
Госкомиссии по химическим средствам борьбы с
вредителями, болезнями растений и сорняками**

Москва — 1988

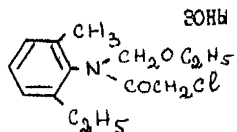
"УТВЕРЖДАЮ"

Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР

А. И. ЗАЙЧЕНКО

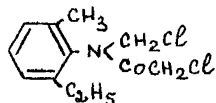
"21" ноября 1985 г.

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ
ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ АЦЕТАЛА И ЕГО ПОЛУПРОДУКТА N-ХЛОР-
МЕТИЛ-2-МЕТИЛ-ЭТИЛ-6-ЭТИЛХЛОРАЦЕТАНИЛИДА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ



М.м. 269,765

Ацетал - 2-хлор-N-этоксиметил-2-метил-6-этилацетанилид - жидкость светло-желтого цвета с Ткип. 125°C при 0,3 мм рт.ст.; в воде практически нерастворим, хорошо растворим в органических растворителях (этанол, эфире, ацетоне, бензоле, хлороформе). Угругость пара при 20°C - 1,18.10⁻⁵ мм рт.ст. Ацетал является превосходным гербицидом на посевах картофеля, кукурузы в дозе 2-6 кг/га. При производстве в воздухе рабочей зоны может находиться в виде паров.



М.м. 259,12

N-хлорметил-2-метил-6-этилхлорацетанилид - кристаллическое вещество белого цвета с Т. плавления 82-85°C. Практически нерастворим в воде; хорошо растворим в органических растворителях (хлороформе, бензоле, гексане). Используется как полупродукт в синтезе гербицида ацетал. При производстве в воздухе рабочей зоны может находиться в виде паров и аэрозоли

I. Характеристики метода

1. Определение основано на использовании газожидкостной хроматографии на приборе с пламенно-ионизационным детектором.

2. Отбор проб проводится с концентрированием на последовательно соединенные аэрозольный фильтр АФА-ХА и поглотитель с зернением сорбентом.

3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы 0,025 мкг.
4. Предел измерения в воздухе 0,25 мг/м³ для ацетона и 0,2 мг/м³ для N-хлорметил-2-метил-6-этилхлорацетанилида.
5. Диапазон измеряемых концентраций от 0,25 до 5,0 мг/м³ для ацетала и от 0,2 до 5,0 мг/м³ для N-хлорметил-2-метил-6-этилхлорацетанилида.
6. Определеник не мешают все сопутствующие в производстве вещества (N-метилен-2-метил-6-этиламин, хлорангидрид монохлоруксусной кислоты и др.)
7. Граница суммарной погрешности определения ±6,2% для ацетала и ±4,6% для N-хлорметил-2-метил-6-этилхлорацетанилида.
8. Предельно-допустимые концентрации в воздухе рабочей зоны не установлены.

П. Реактивы, растворы, материалы

Ацетал (синтезирована во ВНИИГ)

N-хлорметил-2-метил-6-этилхлорацетанилид (синтезирована во ВНИИГ)
Диэтиловый эфир фталевой кислоты "ч" ТУ 6-09-3663-74

Стандартные растворы ацетала, N-хлорметил-2-метил-6-этилхлорацетанилида и диэтилфталата с концентрацией 1 мг/мл готовят растворением навесок 0,0100 г в 10 мл гексана. Для более быстрого и полного растворения N-хлорметил-2-метил-6-этилхлорацетанилида раствор подогревают. Стандартные растворы устойчивы в течение трех суток

Гексан "ч", ТУ 6-09-3375-78

Натрий сернокислый безводный ГОСТ 4166-76

Твердый носитель - хроматон N-AW-DMCg (фр.0, 20-0, 25 мм)

Неподвижная жидкая фаза - нитрилосиликон XE-60 производства ЧССР

Азот технический, ГОСТ 9293-74 в баллоне с редуктором

Водород технический, ГОСТ 3022-70 в баллоне с редуктором

Силикагель КСК с размером частиц 0,25-0,50 мм, ГОСТ 3956-76

Силикагель кипятят с разбавленной серной кислотой (1:1) в течение 3-4 ч., затем промывают сначала горячей водопроводной и далее дистиллированной водой до нейтральной реакции промывных вод и удаления следов хлоридов (проба с нитратом серебра). Затем силикагель нагревают при 200-250°C в течение 3-4 ч. Силикагель можно использовать неоднократно, промывая его ацетоном.

Ш. Посуда и приборы

Аспирационное устройство, ТУ 64-I-862-77
Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором и стеклянными колонками (I30 x 0,4 см)
Микрошприц емкостью 10 мкл, ТУ 2-833-106
Испаритель ротационный ИР-I ТУ 25-I-917-74
Колбы грушевидные для отгонки растворителя емкостью 100 мл
Стаканы химические емкостью 100 мл, ГОСТ 10394-72
Колбы мерные, цилиндры ГОСТ 1770-74
Пипетки различной емкости ГОСТ 20292-74
Поглотительный прибор для зерненных сорбентов в кипящем слое со стеклянной пористой пластинкой
Колбы конические с притертыми пробками емкостью 100 мл, ГОСТ 1770-74
Воронки химические (*d* 56 мм) ГОСТ 8613-75
Аэрозольный аналитический фильтр АФА-ХА, помещенный в патрон

IV. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 3-4 л/мин аспирируют через последовательно соединенные аэрозольный фильтр АФА-ХА, помещенный в патрон, и поглотительный прибор для зерненных сорбентов, содержащих 1,5-2,0 г силикагеля. Для анализа отбирают 100-120 л воздуха. Пробы можно хранить в течение трех суток.

V. Условия анализа

Неподвижную жидкую фазу ХЕ-60 в количестве 5% от веса носителя растворяют в хлороформе и в полученный раствор вносят хроматон И-АВ-ДМС, просеянный через сито (фр. 0,20-0,25 мм), перемешивают до улетучивания основного количества растворителя. Остатки растворителя удаляют выпариванием на водяной бане при температуре 70-80°C. Можно использовать готовую насадку производства ЧССР с содержанием 5% ХЕ-60 на хроматоне И-АВ-ДМС (фр. 0,20-0,25 мм).

Приготовленной или готовой насадкой заполняют хроматографическую колонку механическим способом и стабилизируют в токе газ-носителя при температуре 200°C в течение 6-7 ч.

Силикагель из поглотительного прибора высыпает в колбу, поглотительный прибор промывают 3 раза по 5 мл ацетоном, сливая его в колбу с силикагелем. Добавляют 30 мл ацетона, колбу ставят в горячую водяную баню на 15 мин, а затем энергично встряхивают в течение 15 мин. Ацетон осторожно сливают через бумажный фильтр

в отгонную колбу, силикагель заливают еще дважды 20 мл ацетона и встряхивают 10 мин. Ацетон также сливают через бумажный фильтр в отгонную колбу и отгоняют на ротационном испарителе до объема 0,5-1 мл.

Аэрозольный фильтр извлекают из патрона, помещают в коническую колбу и заливают 30 мл гексана, энергично встряхивают в течение 5 мин. Экстракт сливают в отгонную колбу, содержащую смыв с силикагеля. Экстракцию повторяют дважды порциями гексана по 10 мл. Экстракты объединяют в отгонной колбе, растворитель отгоняют на ротационном испарителе до объема 0,5-1 мл, затем в токе воздуха - досуха. В остаток вносят 0,05 мг внутреннего стандарта (0,05 мл стандартного раствора диэтилфталата), доводят до объема 0,5-1 мл гексаном. Аликвоту полученного раствора хроматографируют при следующих условиях:

- колонка стеклянная размером 130 x 0,4 см;
 - стационарная жидкая фаза: 5% нитрилсиликона КЕ-60 на хроматоне П-АУ-ДМСУ (фр. 0, 20-0, 25 мм);
 - температура термостата колонок 190°C;
 - газ-носитель: азот технический;
 - скорость газа-носителя - 60 мл/мин;
 - скорости вспомогательных газов:
 - водорода 50 мл/мин
 - воздуха 500 мл/мин
 - скорость диаграммной ленты 220 мм/ч
 - шкала электрометра 100 x 10⁻¹² а;
 - объем вводимой пробы 2 мкл
- Время удерживания:
- диэтилфталата 3,2 мин;
 - N-хлорметил-2-метил-6-этилхлорацетанилида - 6 мин;
 - ацетала 9,1 мин

Для расчета хроматограмм строят калибровочный график, выражающий зависимость отношений высот пиков компонента и внутреннего стандарта от отношений соответствующих количеств этих веществ (см. рис. 1).

Для построения графика готовят следующие калибровочные смеси:

№	Кол-во стандартного раствора диэтилфталата в:		Кол-во стандартного раствора ацетанилида в:		Кол-во стандартного раствора ацетала в:		Количество гексана
	мл	мкг	мл	мкг	мл	мкг	
1	0,5	500	0,25	250	0,25	250	3,0
2	0,5	500	0,50	500	0,50	500	2,5
3	0,5	500	0,75	750	0,75	750	2,0
4	0,5	500	1,00	1000	1,00	1000	1,5
5	0,5	500	1,25	1250	1,25	1250	1,0
6	0,5	500	1,50	1500	1,50	1500	0,5
7	0,5	500	1,75	1750	1,75	1750	-

Содержание компонента (X) в мг/м³ в воздухе вычисляют по формуле:

$$X = \frac{A}{V}, \text{ где}$$

A - количество компонента в пробе, найденное по калибровочному графику, мг;

V - объем воздуха, взятый для анализа, приведенный к нормальным условиям, м³.

IV. Требования безопасности

Соблюдать все правила безопасности при работе в химической лаборатории.

УП. Разработчики:

Пиленкова И.И., Оркова Р.Р., Фатьянова А.Д., Дегтева А.И.
(Всесоюзный научно-исследовательский технологический институт гербицидов и регуляторов роста растений (ВНИТИГ), г.Уфа.

Методические указания апробированы в Киевском НИИ гигиены труда и профзаболеваний (т.Жохолькова Т.А.) и ВНИИОТХ (т.Кливнова И.В., Плахова В.П.).