

СПРАВОЧНИК

МЕТОДЫ  
ОПРЕДЕЛЕНИЯ  
МИКРОКОЛИЧЕСТВ  
ПЕСТИЦИДОВ  
В ПРОДУКТАХ  
ПИТАНИЯ,  
КОРМАХ  
И ВНЕШНЕЙ  
СРЕДЕ

В ДВУХ ТОМАХ

Том 2



МОСКВА ВО «АГРОПРОМИЗДАТ» 1992

Утверждено 08.06.89 № 5048—89

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ  
КОНЦЕНТРАЦИЙ ДИХЛОРБЕНЗОЛОВ И БРОМДИОКСОЛАНА  
В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ МЕТОДОМ  
ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ\***

Краткая характеристика препаратов. Дихлорбензол и бромдиоксолан — исходные и промежуточные продукты при синтезе фунгицидов, в воздухе рабочей зоны могут находиться в виде паров. Физико-химические свойства веществ приведены в таблице 183.

---

\* Разработаны Ф. И. Патрашку, В. Н. Андроник, М. А. Прибыч (ВНИИ БМЗР).

## 183. Физико-химические свойства дихлорбензолов и бромдиоксолана

Вещество, химическое название, агрегатное состояние	Брутто-формула	Молекулярная масса	Температура кипения, °С	Давление паров, Па
<i>o</i> -Дихлорбензол (1,2-дихлорбензол), жидкость	$C_6H_4Cl_2$	147,01	179—180	107,2
<i>m</i> -Дихлорбензол (1,3-дихлорбензол), жидкость	$C_6H_4Cl_2$	147,01	172—173	165,8
<i>p</i> -Дихлорбензол (1,4-дихлорбензол), кристаллическое вещество	$C_6H_4Cl_2$	147,01	54—56*	152,4
Бромдиоксолан 2-бромметил-2-(2,4-дихлорфенил)-4-пропил-1,3-диоксолан, вязкая жидкость	$C_{13}H_{15}BrCl_2O_2$	354,09	102—105 6,6 Па	$7,0 \cdot 10^{-2}$

\* Температура плавления.

**Принцип метода.** Определение основано на хроматографировании анализируемых соединений на неподвижной фазе ХЕ-60 с ДПР. Отбор проб воздуха с парами бромдиоксолана проводят с концентрированием (поглотители с ацетоном при охлаждении).

Пробы воздуха с парами дихлорбензолов отбирают в предварительно вакуумированные газовые пипетки и в хроматограф вводят определенные объемы пробы медицинским шприцем.

**Метрологическая характеристика метода.** Предел измерения в анализируемом объеме пробы: бромдиоксолана — 0,25 нг, дихлорбензолов — 2 нг. Предел измерений бромдиоксолана в воздухе (при отборе 30 л воздуха) 0,04 мг/м<sup>3</sup>. Предел измерения дихлорбензолов в воздухе 17,4 мг/м<sup>3</sup>. Диапазон измеряемых концентраций: бромдиоксолана — 0,04—0,1 мг/м<sup>3</sup>; дихлорбензолов — 17,4—72,6 мг/м<sup>3</sup>.

**Избирательность метода.** Определению в данных условиях не мешают другие галогенсодержащие соединения. Граница суммарной погрешности измерения: бромдиоксолана — 16,3—18,7%; дихлорбензолов — 15,6—19,3%.

**Реактивы, растворы, материалы.** *o*-, *m*- и *p*-Дихлорбензолы х. ч. Бромдиоксолан х. ч. Ацетон особой чистоты. Хлорид натрия ч. Хроматон N-AW-HMDS с 5% ХЕ-60 (0,16—0,20 мм). Азот газообразный особой чистоты в баллонах с редуктором. Стандартные растворы *o*-, *m*- и *p*-дихлорбензолов и бромдиоксолана в ацетоне с содержанием 1000, 100, 10 и 1 мкг/мл.

**Приборы и посуда.** Хроматограф «Цвет-106», снабженный ДПР. Ротационный вакуумный испаритель или аналогичный. Баня водяная с регулируемой температурой. Колбы: мерные вместимостью 50, 100 и 250 мл; круглодонные или грушевидные на 50, 100 и 250 мл. Стаканы химические вместимостью 300 и 500 мл. Пробирки градуированные на 5, 10, 15, 20, 25 мл. Пипетки на 0,1; 0,2; 1; 2; 5; 10 мл с делениями. Микрошприц. Шприц медицинский на 2, 5 и 10 мл. Поглотительные сосуды. Поглотитель с пористой перегородкой типа Рыхтера. Пипетки газовые вместимостью 0,5 л. Бутыли вместимостью 10 и 20 л. Сосуд с боковым сливом на 10 л.



## 184. Температура колонки и время удерживания анализируемых веществ

Вещество	Температура колонки, °С	Время удерживания
o-Дихлорбензол	84	11 мин 33 с
m-Дихлорбензол	84	8 мин 11 с
n-Дихлорбензол	84	9 мин 07 с
Бромдиоксолан	195	9 мин 25 с

**Отбор и обработка проб воздуха.** При определении бромдиоксолана поглощение его паров из воздуха проводят в ацетон при охлаждении. Воздух отбирают в предварительно вакуумированные бутылки на 10 или 20 л. Воздух из бутылки вытесняют водой со скоростью 0,75 л/мин и пропускают через охлаждаемую систему поглотителей, состоящую из одного поглотителя типа Рыхтера и двух других поглотителей, в которые предварительно наливают соответственно 15, 7 и 7 мл ацетона. Ацетон из поглотителей переносят в грушевидную колбу на 50 мл, а поглотители тщательно дважды промывают ацетоном порциями по 2—3 мл, который также переносят в грушевидную колбу. Растворитель отгоняют на ротационном испарителе досуха, причем последние капли его удаляют вращением колбы в руках. Остаток вновь растворяют в 1—2 мл ацетона и полученный раствор подвергают в дальнейшем газохроматографическому анализу.

При определении дихлорбензолов отбор проб воздуха проводят в газопипетки общепринятыми методами. В хроматограф вводят 1—2 мл пробы медицинским шприцем. Высоты пиков сравнивают с градуировочным графиком, построенным на стандартных смесях.

**Условия определения.** Газохроматографическое определение проводят на хроматографе «Цвет-106» с ДПР. Колонка стеклянная длиной 3 м и внутренним диаметром 4 мм, заполненная хроматоном N-AW-HMDS (0,16—0,20 мм) с 5% ХЕ-60. Скорость потока продувочного газа (азот особой чистоты) 160 мл/мин, скорость потока газа-носителя 50 мл/мин. Температурный режим устанавливается для испарителя 170 и 220 °С, для детектора — 150 и 250 °С при определении дихлорбензолов и бромдиоксолана соответственно. Температура колонки и время удерживания приведены в таблице 184.

Хроматографирование проводят на шкалах  $200 \cdot 10^{-12}$  А,  $50 \cdot 10^{-12}$  А электрометра ИМТ-05. В хроматограф вводят поочередно стандартный и анализируемый растворы в количестве 2—6 мкл, причем соотношение подбирают таким образом, чтобы высоты пиков были примерно одинаковыми.

Концентрацию бромдиоксолана в воздухе ( $X$ , мг/м<sup>3</sup>) определяют по формуле

$$X = \frac{H_{\text{пр}} C_{\text{ст}} V_{\text{ст}} V_2}{H_{\text{ст}} V_1 V_{20}},$$

где  $H_{\text{пр}}$ ,  $H_{\text{ст}}$  — высоты пиков хроматографируемой пробы и стандартного раствора соответственно, мм;  $C_{\text{ст}}$  — концентрация стандартного раствора, нг;  $V_{\text{ст}}$  — объем стандартного раствора, вводимого в хроматограф, мкл;  $V_1$  — объем пробы, вводимой в хроматограф, мкл;  $V_2$  — общий объем пробы, мл;  $V_{20}$  — объем воздуха, отобранного для анализа и приведенного к нормальным условиям, л.

**Построение градуировочных графиков для определения дихлорбензолов в воздухе.** Для построения градуировочных графиков готовят градуировочные смеси разбавлением аликвотного объема стандартной газовой смеси. В случае o-дихлорбензола в вакуумированную мерную колбу на 0,5 л, снабженную пробкой с резиновой прокладкой, микрошприцем впрыскивают 4 мкл чистого

185. Данные для построения градуировочных графиков при определении дихлорбензолов в воздухе

Концентрация стандартной смеси, мкг/мл	Объем стандартной смеси, вводимой в хроматограф, мл	Масса препарата, мкг	Высота пика, мм
<i>o</i> -Дихлорбензол			
$7,26 \cdot 10^{-2}$	0,5	$3,63 \cdot 10^{-2}$	34,4
$7,26 \cdot 10^{-2}$	1,0	$7,26 \cdot 10^{-2}$	81,8
$7,26 \cdot 10^{-2}$	1,5	$10,89 \cdot 10^{-2}$	127,8
$7,26 \cdot 10^{-2}$	2,0	$14,52 \cdot 10^{-2}$	162,4
<i>m</i> -Дихлорбензол			
$17,4 \cdot 10^{-3}$	0,5	$8,7 \cdot 10^{-3}$	34,4
$17,4 \cdot 10^{-3}$	1,0	$17,4 \cdot 10^{-3}$	62,0
$17,4 \cdot 10^{-3}$	1,5	$26,1 \cdot 10^{-3}$	99,2

вещества, а затем впускают воздух. Через 2 ч из этой колбы отбирают 2 мл газовой смеси медицинским шприцем и вводят в другую вакуумированную мерную колбу вместимостью 250 мл. Таким образом создается стандартная газовая смесь концентрацией 7,26 мкг/мл.

Градуировочные смеси *m*-дихлорбензола готовят аналогичным образом, путем введения 2 мл исходной стандартной смеси в мерную колбу на 1 л. Создается концентрация, равная 17,4 мкг/мл.

В хроматограф вводят по 0,5; 1,0; 1,5 и 2,0 мл стандартных газовых смесей и строят градуировочный график по высотам пиков. В таблице 185 приведены данные для построения градуировочных графиков при определении *o*- и *m*-дихлорбензолов.

Концентрацию дихлорбензолов в воздухе ( $X$ , мг/м<sup>3</sup>) определяют по формуле

$$X = \frac{GV_2}{V_{20}V_1},$$

где  $G$  — количество препарата, найденного по градуировочному графику в хроматографируемом объеме пробы воздуха, нг;  $V_1$  — объем пробы воздуха, вводимый в хроматограф, мкл;  $V_2$  — общий объем пробы, мл;  $V_{20}$  — общий объем пробы, приведенный к стандартным условиям, л.