МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

Всесоюзный научно-исследовательский институт
гигиены и токсикологии пестицидов, полимеров
и пластических масс

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЕСТИЦИДОВ В ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ И В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ

СБОРНИК МЕТОДИЧЕСКИХ УКАЗАНИЙ И РЕКОМЕНДАЦИЙ

К И Е В - 1 9 9 0 г.

gost.e-ecolog.ru

" УТВЕРЖДАЮ "

Заместитель Главного Государственного

санитарного врача СССР

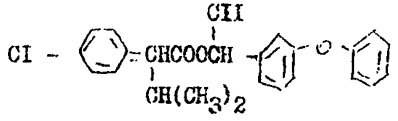
В.И.ЧИБУРАЕВ

" 8 " июня 1989 г.

№4966-89

ВРЕМЕННЫЕ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ОПРЕДЕЛЕНИЮ СУМИ-АЛЬФА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



$C_{25}H_{22}O_3NCl$

М.м. 419,91

S - α-циано-3-феноксибензил(S)-2-(4-хлорфенил)-3-метилбутират. Активный изомер рацемического фенвалерата. Жидкость светло-желтого цвета. Применяется в с/х на плодовых, овощных культурах и хлопчатнике. Давление паров при 20°С $2,6.10^{-7}$ мм рт.ст. Растворим в ксилоле, ацетоне, циклогексане, этилацетате, спирте, хлороформе.

I. Характеристика метода

I. Определение основано на хроматографировании анализируемого соединения методом газо-жидкостной хроматографии с детектором постоянной скорости рекомбинации (ДПР) и в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зон локализации препарата путем обработки раствором аммиаката серебра.

2. Отбор проб производится с концентрированием (бумажный фильтр "синяя лента")

3. 3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы: 2 мкг (ГЖХ)
3 мкг (ТСХ)

4. Предел измерения в воздухе (при отборе 30 л воздуха)-
ГЖХ - 0,05 мг/м^3, ТСХ - 0,1 мг/м^3

5. Диапазон измеряемых концентраций 0,05-0,1 мг/м^3,
ТСХ - 0,1-0,5 мг/м^3

6. Определению не мешают наполнители технического препарата

7. Граница суммарной погрешности измерения ±17,6 (ГЖХ)
±21,3 (ТСХ).

II. Реактивы , растворы, материалы

К методу ГЖХ

Азот газообразный,ГОСТ 9293-74

Воздух

Хроматон N-AW (0,16-0,20 мм) с 5% SE-30 (Хемапол,ЧССР)

К методу ТСХ

Аммиак водный 25%,ГОСТ 3760-79

Ацетон,ч.,ГОСТ 2601-79

Гексан, ч.,ТУ 6-09-3375-78

Нитрат серебра,ГОСТ 1277-81

Сульфат натрия безводный,ГОСТ 4166-76

Пластинки "Силуфол" (Хемапол,ЧССР)

Фильтры бумажные "синяя лента", ТУ 6-09-1678-77

Основной стандартный раствор сумм-альфа, содержащий 100 мкг/мл, вещества, готовят растворением в ацетоне 10 мг вещества в мерной колбе на 100 мл. Хранят в холодильнике в течении 1 месяца.

Подвижная фаза гексан-ацетон 4:1

Проявляющий реактив - водно-ацетоновый раствор аммиаката серебра. Навеску нитрата серебра 0,5 г растворяют в 5 мл дистиллированной воды, добавляют 7 мл аммиака (d =0,9 г/см^3) и доводят объем до 100 мл ацетоном.Срок хранения в холодильника

5-6 дней.

II. Приборы и посуда

Газовый хроматограф с детектором постоянной скорости рекомбинации (Цвет"и др.марки с ДПР)

Электроаспиратор для отбора проб воздуха,ТУ 64-I-862-77

Ротационный вакуумный испаритель для отгонки растворителей, ТУ 64,I-862-77

Воронки химические ϕ 60 см, ГОСТ 8613-75

Колбы конические емкостью 100 мл, ГОСТ 1770-74

Колбы грушевидные для отгонки растворителей,ГОСТ 10394-72

Пипетки мерные емкостью 0,I,I и 10 мл,ГОСТ 1770-74

Цилиндры мерные на 500,100 мл,ГОСТ 1770-74

Колонка стеклянная ,длина I м, внутренний диаметр 3 мм

Микрошприцы на 10 мкл МШ-10, ТУ 2.833.106

Пульверизатор стеклянный,ГОСТ 10391-79

Лампа ртутно-кварцевая, ТУ 61-I-16-18-77

Фильтродержатель.

IУ. Условия отбора проб

Воздух со скоростью I л/мин последовательно аспирируют 30 мин через помещенный в фильтродержатель бумажный фильтр "синяя лента".

У. Условия анализа

Бумажный фильтр, содержащий аэрозоль из фильтродержателя помещают в коническую колбу и заливают 20 мл ацетона, экстрагируют дважды в течение I часа, Объединенный экстракт оливают в колбу для отгонки растворителя. Отгоняют растворитель под вакуумом до объема 0,2-0,3 мл при температуре бани 40°С. Досуха упаривают на воздухе. Остаток в колбе растворяют в I мл ацетона и хроматографируют ГЖХ и ТСХ.

У. Условия анализа

Бумажный фильтр, содержащий аэрозоль из фильтродержателя помещают в коническую колбу и заливают 20 мл ацетона, экстрагируют дважды в течение I часа. Объединенный экстракт сливают в колбу для отгонки растворителя. Отгоняют растворитель под вакуумом до объема 0,2-0,3 мл при температуре бани 40°С. Досуха упаривают на воздухе. Остаток в колбе растворяют в I мл ацетона и хроматографируют ГЖХ и ГСХ.

Определение методом ГЖХ

Газохроматографическое определение сумм-альфа производится с детектором постоянной скорости рекомбинации (ДПР) при следующих условиях хроматографирования:

Носитель - Хроматон N-AW (0,I6-0,20 мм)

Неподвижная фаза - 5% SE-30

Колонка стеклянная I м х 3 мм, заполненная носителем на 0,5-0,6м

Скорость газа-носителя (азот) - 50 мл/мин

Шкала электрометра 20.10^{-12}а

Температура колонки 220°С

Температура испарителя 240°С

Температура детектора 240°С

Вводимый объем 3 мкл

Линейный диапазон детектирования 2-50 нг

Минимально детектируемое количество I нг

Время удерживания при указанных условиях I5 мин

Расчет концентрации препарата Хмг/м^3 в воздухе проводят по формуле

$$X = \frac{G \cdot V_I \cdot S_{пр}}{S_{ст} \cdot V \cdot V_{20}}$$, где

G - количество стандартного препарата, введенного в хроматограф в мкг;

$S_{ст}$ - площадь пика стандартного раствора, мм;

$S_{пр}$ - площадь пика препарата в исследуемой пробе, мм;

V_I - общий объем экстракта, введенного в хроматограф, мл;

V_{20} - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к нормальным условиям, л.

Определение методом ТСХ

Пробу, сконцентрированную до объема 0,1-0,3 мл количественно переносят на силуфольную пластинку при помощи капиллярной пипетки так, чтобы диаметр пятна не превышал 1 см. Центр пятна должен быть на расстоянии 2 см от нижнего края пластинки. Колбу с экстрактом 2-3 раза смывают небольшими порциями ацетона, который также наносят в центр пятна. Справа и слева от пробы наносят стандартные растворы пестицида 3,5,10,15 мкг. Затем пластинку помещают в хроматографическую камеру, в которую налита смесь гексан-ацетон 4:1. После подняти ьфронта растворителя на 10 см пластинку вынимают и оставляют на несколько минут на воздухе для испарения подвижного растворителя. После этого пластинку обрабатывают раствором аммиаката серебра и помещают под УФ-облучение на 20 минут. Препарат проявляется в виде пятна серо-черного цвета на белом фоне. Rf суми-альфа=0,4-0,05.

Количество препарата в пробе определяют сравнением окраски и площади пятен пробы и стандартного раствора.

Концентрацию препарата X в воздухе в мг/м^3 вычисляют по формуле: $X = \frac{G}{V_{20}}$, где

– количество препарата, найденное в хроматографируемом объеме пробы, мкг;

20 объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

УI. Требования безопасности

Необходимо соблюдать общепринятые правила техники безопасности при работе с органическими растворителями и токсическими веществами.

УП. Разработчики: Гиренко Д.Б., Морару Л.Е., Клисенко М.А. (ВНИИГИНТОКС, Киев).

gost.e-ecolog.ru