Министерство сельского хозяйства
Российской Федерации

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

Сборник № 21
Часть 2-ая

МОСКВА
ЦЕНТР НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ИНФОРМАЦИИ,
ПРОПАГАНДЫ И РЕКЛАМЫ
1994 г.

gost.e-ecolog.ru

Министерство сельского хозяйства
Российской Федерации

Государственная комиссия
по химическим средствам борьбы
с вредителями, болезнями растений и сорняками

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

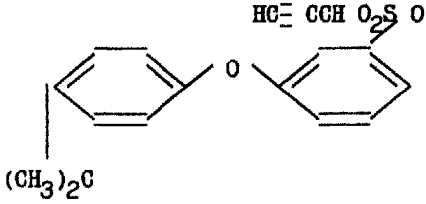
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

Сборник № 21
Часть 2-ая

МОСКВА
ЦЕНТР НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ИНФОРМАЦИИ,
ПРОПАГАНДЫ И РЕКЛАМЫ
1994 г.

Утверждено Министерством
здравоохранения СССР
" 29 " июля 1991 г
№ 6261-91

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ ОМАЙТА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



$C_{19}H_{26}O_4S$

М.м. 350,5

Омайт -акарицид для борьбы с растительноядными клещами на плодовых культурах и хлопчатнике.

Действующее начало препарата-2-(4-трет-бутил-фенокси)циклогексилпропаргилсульфит.В чистом виде вязкая бесцветная жидкость с Т кип.90°С при 1,3 Па(0,01 мм рт.ст.).Упругость паров при 25°С $4,49.10^{-8}$мм рт.ст. Практически нерастворим в воде (менее 1 мг/л).Хорошо растворяется в большинстве органических растворителях.Стабилен в кислой среде при pH 5-8.В щелочной,при pH 9 - период полураспада два дня.

В воздухе рабочей зоны может находиться только в виде аэрозоля.

Омайт-малотоксичен.$ЛД_{50}$ для крыс и мышей 1800-200 мг/кг.Сконцентрированные растворы раздражают слизистые.

ОБУВ омайта в воздухе рабочей зоны 0,3 мг/м^3.

Характеристика метода

Метод основан на использовании газожидкостной хроматографии с применением детектора по захвату электронов.

Отбор проб с концентрированием на стеклянном пористом фильтре.Нижний предел измерения 5 нг в хроматографируемом объеме пробы.

Разработчики:Ф.Р.Мельцер,К.Ф.Новикова,ВНИИХСЗР,г.Москва

Нижний предел измерения в воздухе в воздухе 0,15 мг/м^3 при отборе 100 л воздуха

Диапазон измеряемых концентраций -0,15-4,50 мг/м^3

Измерению не мешают другие пестициды.

Суммарная погрешность не превышает $\pm$20%.

Время выполнения измерения,включая отбор проб около 40 мин.

Приборы,аппаратура и посуда

Газожидкостной хроматограф Цвет-500М с детектором по захвату электронов или аналогичный прибор.

Хроматографическая стеклянная колонка длиной 100 см,внутренним диаметром 3 мм.

Аспирационное устройство.

Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М,ТУ 25-11-917-76.

Мерные колбы,ГОСТ 1770-74,вместимостью 100 мл.

Грушевидные колбы,ГОСТ 25336-82,вместимостью 100 мл.

Градуированные пробирки с пробками на шлифах,ГОСТ 1770-74,вместимостью 10 мл.

Пипетки,ГОСТ 20292-74,на 10 и 1 мл.

Стеклянные пористые фильтры,ГОСТ 25336-82,пор 160.

Реактивы,растворы,материалы

Ацетон,ГОСТ 2603-79,осч.

Гексан,ТУ 6-09-3375-78,хч.,свежеперегнанный.

Твердый носитель хроматон N-AW-DMCS(0,16-0,20 мм).

Жидкая фаза OV-17.

Азот особой чистоты по ГОСТ 9293-74 из баллона с редуктором.

Омайт с содержанием действующего вещества не менее 95%.

Стандартные растворы омайта в гексане с содержаним 100 мкг/мл (раствор № 2).

Стандартный раствор № 1 готовят взятием точной навески (10 мг) и рас-

творением омайта в мерной колбе вместимостью 100 мл. Для приготовления стандартного раствора № 2 в мерную колбу вместимостью 100 мл пипеткой переносят 10 мл из раствора №1 и содержимое колбы доводят до метки гексаном. Стандартные растворы №1 и 2 стабильны при хранении в холодильнике в течение 6 месяцев в условиях исключения испарения растворителя.

Отбор проб воздуха

Воздух с объемным расходом 10 л/мин аспирируют через стеклянный пористый фильтр. Для измерения 0,5 ОБУВ следует отобрать 100 л воздуха. Фильтры с отобранными пробами можно хранить не более трех дней.

Подготовка к измерению

Для приготовления насадки колонки используют готовый товарный носитель на хроматоне N-AW-DMCS с 5% OV -17.

Хроматографическую колонку заполняют готовым товарным носителем с подсоединением слабого вакуума.Достаточная плотность набивки обеспечивается равномерной загрузкой и непрерывным постукиванием по колонке. Колонку кондиционируют при скорости азота 75 мл/мин сначала в режиме программирования температуры от 50 до 250^{o}С со скоростью нагрева 2^{o}С/мин, а затем в изотермическом режиме при 250^{o}С в течение 6-8 час без подсоединения колонки к детектору .

Общую подготовку прибора к работе проводят согласно инструкции. Градуировочные растворы с содержанием омайта от 2,5 мкг/мл до 100 мкл/мл готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора №2 гексаном в градуированных пробирках с пробками на шлифах, вместимостью 10 мл. Градуированные растворы готовят согласно таблице 1.

Таблица 1

Номер стандарта	Стандартный раствор №2, мл		Добавлено гексана, мл	Концентрация омайта полученного раствора, мкг/мл	Концентрация омайта в хроматографируемой пробе, нг
	10 мкг/мл №1	100мкг/мл			
1	2,5	-	7,5	2,5	5
2	-	1	9,0	10	10
3	-	2,5	7,5	25	50
4	-	5,0	5,0	50	100
5	-	7,5	2,5	75	150
6	-	10	0	100	200

Градуировочные растворы готовят при построении градуировочного графика. Их хранят не более пяти дней.

Последовательно вводят через самоуплотняющуюся мембрану по 2 мкл каждого градуировочного раствора в пяти повторностях. Строят график зависимости высоты пика в мм от концентрации в нг.

Условия хроматографирования градуировочных растворов и анализируемых проб:

Температура термостата колонки 220°С

Температура испарителя 250°С

Температура термостата детектора 310°С

Скорость потока газа-носителя 55 мл/мин

Скорость движения диаграммной ленты 200 мм/час

Рабочая шкала электрометра $3{,}2 \cdot 10^{-11}$ А

Время удерживания омайта 4 мин 55 с

Линейный диапазон детектирования 5-200 нг

Проведение измерения

Пористый фильтр помещают в грушевидную колбочку вместимостью 100 мл и смывают омайт с фильтра с помощью ацетона (10 мл х 3). Из колбочки с помощью ротационного вакуумного испарителя полностью отгоняют растворитель. К сухому остатку пипеткой добавляют 6 мл гексана. Колбочку закрывают пробкой на шлифе и ее стенки тщательно обмывают растворителем. В хроматограф через самоуплотняющуюся мембрану вводят 2 мкл полученного раствора в двух-трех повторностях.

Количественное определение содержания омайта в хроматографируемой пробе находят методом абсолютной калибровки по высоте пика.

Расчет концентрации

Концентрацию омайта (С) в мг/м^3 вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \cdot b}{d \cdot V_{20}} \text{ мг/м}^3, \quad \text{где}$$

a - количество вещества, найденное в хроматографируемом объеме пробы, нг;

b - общий объем поглотительного раствора, мл;

d - объем поглотительного раствора, взятого для анализа, мкл;

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

Требования безопасности

Соблюдать все необходимые требования безопасности при работе в химических лабораториях, а также правила устройства, техники безопасности, производственной санитарии, противоэпидемического режима и личной гигиены при работе в лабораториях (отделениях, отделах) санитарно-эпидемических учреждений Системы МЗ СССР № 2455-81 от 20.10.81.

gost.e-ecolog.ru