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

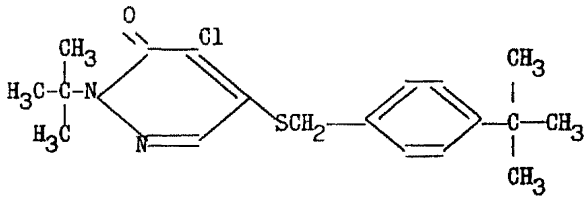
Сборник № 22
Часть 2-ая

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

gost.e-ecolog.ru

УТВЕРЖДЕНО
МИНИСТЕРСТВОМ ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР
"29"июля 1991 г.
№ 6205-91

# ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ САНМАЙТА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



М.м.364,9

$C_{19}H_{25}ClN_2OS$

Санмайт-4-хлор-2(1,1-диметилэтил-5/ 4-(1,1диметилэтил/--фенил/метил/тио-3(2Н)-пиридазин-

белое,кристаллическое вещество с температурой плавления 111-112$^{O}$С.Легко растворим в ацетоне,хлороформе;растворим в спирте,бензоле,нерастворим в воде.Устойчив при комнатной температуре.Разлагается при сильном УФ-облучении.

1.Характеристика метода

Определение основано на хроматографическом определении препарата (ГЖХ,ТСХ) после концентрирования из воздуха.

---

Разработчики:Кузнецова Е.М.,Гиренко Д.Б.,ВНИИГИНТОКС,Киев.

Отбор проб производится с концентрированием на бумажном фильтре "синяя лента".

Предел измерения в анализируемом объеме ГЖХ - 0,5 нг,ТСХ - 1 мкг.

Предел измерения в воздухе 0.0025 мг/м$^3$ (ГЖХ),0,05 мг/м$^3$ (ТСХ) - при отборе 100 л воздуха.

Диапазон измеряемых концентраций 0,0025-0,05 (ГЖХ),0,05-0,5 мг/м$^3$ (ТСХ).

Определению не мешают наполнители технического препарата.

Граница суммарной погрешности измерения $\pm$19,5%.

2.Реактивы,растворы,материалы

Ацетон,чда.,ТУ 6-09-3313-86.

Гексан,хч.,ТУ 6-09-3375-78.

Натрия сульфат безводный,чда,ГОСТ 4166-76.

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

Стандартный раствор санмайта,содержащий 100 мкг/мл вещества.

Стандартный раствор санмайта ,содержащий 100 мкл/мл вещества,готовят растворением 10 мг препарата в мерной колбе с притертой пробкой в 100 мл ацетона.Хранят в холодильнике не более 2-х месяцев.

К методу ГЖХ

Носитель для колонки - Хроматон N-AW с 5% SE-30.

Азот особой чистоты,ГОСТ 9293-74,в баллонах с редуктором.

К методу ТСХ

о-Толидин,МРТУ 6-09-6337-69.

Кислота уксусная ледяная,х.ч.,ГОСТ 18270-72.

Калия иодид,хч.,ГОСТ 4232-74.

Калий марганцевокислый,х.ч.,ГОСТ 20490-75.

Кислота соляная,х.ч.,ГОСТ 348-77.

Пластинки "Silufol" (Хемапол,ЧССР).

Подвижная фаза:ацетон-гексан 1:1.

Проявляющий реактив.Готовят раствор А - 0,2 г о-толидина растворяют в 2 мл уксусной кислоты.Раствор Б - 0,8 г иодида калия растворяют в 2 мл дистиллированной воды.Растворы А и Б смешивают и доводят дистиллированной водой до 200 мл.

Раствор для хлорирования.На дно эксикатора помещают 2-3 г перманганата калия и добавляют 10-15 мл дистиллированной воды.Затем сюда же приливают 8- 10 мл концентрированной соляной кислоты.

3.Приборы,аппаратура,посуда

Электроаспиратор для отбора проб воздуха,ТУ 64-1-862-77.

Фильтродержатели.

Ротационный вакуумный испаритель для отгонки растворителей ИР-1М, ТУ 25-11-917-74.

Водяная баня,ТУ 64-1-425-72.

Колбы конические,ГОСТ 25336-82,емкостью 100 мл.

Колбы грушевидные,ГОСТ 25336-82.

Колбы мерные,ГОСТ 1770-74,на 25 мл.

Пипетки,ГОСТ 1770-74,на 0,1 мл и 1 мл.

Цилиндры мерные,ГОСТ 1770-74,на 50 мл.

К методу ТСХ

Камера хроматографическая,ГОСТ 25336-82.

Пульверизатор стеклянный,ГОСТ 25336-82.

К методу ГЖХ

Хроматограф с детектором по захвату электронов (типа Цвет,Газохром или др.марки).

Микрошприц,10 мкл,МШ-10.

Колонка хроматографическая,стеклянная,длина 1 м,внутренний диаметр 3 мм.

4.Отбор проб воздуха

Воздух со скоростью 5 л/мин аспирируют через помещенный в фильтродержатель бумажный фильтр "синяя лента" в течение 20 мин.Длительность хранения проб в холодильнике до 5 дней.

5.Проведение измерения

Бумажный фильтр,содержащий аэрозоль,из фильтродержателя переносят в коническую колбу и заливают 15 мл гексана.Экстрагируют пестицид из фильтра в течение 1 часа.Экстракцию повторяют дважды.Объединенный экстракт сушат безводным сульфатом натрия (5-7 г) и сливают в колбу для отгонки растворителя.Отгоняют растворитель под вакуумом до объема 0,2-0,3 мл при температуре не выше $30^{0}$С.Далее высушивают досуха в токе воздуха.Сухой остаток смывают 1 мл гексана и хроматографируют.

6.Метод ГЖХ

Условия анализа

Твердый носитель Хроматон N-AW с 5% SE-30.

Длина колонки - 1 м.

Диаметр колонки - 3,5 мм.

Температура колонки - $220^{0}$С.

Температура испарителя - $240^{0}$С.

Температура детектора - $250^{0}$С.

Газ-носитель - азот.

Скорость потока газа-носителя - 60 мл/мин.

Скорость диаграммной ленты - 240 мм/ч.

Объем вводимой пробы -4 мкл.

Время удерживания - 5 мин.

Линейный диапазон детектирования 0,5-10 нг.

Для дополнительной идентификации проводится хроматографирование с термоионным детектором (жидкая фаза - 5% SE-30, колонка -1м, температура колонки -210°С, температура испарителя - 250°С, скорость диаграммной ленты -240 мм/ч), время удерживания - 8 мин.

Количественное определение проводят методом расчета по соотношениям высота пика -концентрация. Для этого до и после анализа проб вводят в хроматограф по 2 мкл стандартного раствора, измерят высоту пиков и вычисляют среднее арифметическое из 5 определений. Если при введении в хроматограф аликвотной части (2 мкл) конечного экстракта получают большие пики или происходит "зашкаливание", что свидетельствует о наличии большого количества анализируемого вещества, готовят более разбавленные растворы, добавляя в конечный раствор пипеткой дополнительное замеренное количество растворителя.

Расчет концентрации

Концентрацию препарата (X) в мг/м$^3$ воздуха вычисляют по формуле:

$$X = \frac{C_{ст} \cdot h_{пр} \cdot V_{общ}}{V_{пр} \cdot h_{ст} \cdot V_{20}}$$ , где

$C_{ст}$ -концентрация санмайта в стандартном растворе, введенном в хроматограф, нг;

$h_{пр}$-высота пика пробы, мм;

$V_{общ}$-общий обьем пробы, мл;

$V_{пр}$-обьем пробы, введенный в хроматограф, мкл;

$h_{ст}$-высота пика стандарта, мм;

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

7. Метод ТСХ

Аликвотную часть раствора (0,2 мл) с помощью микропипетки наносят на пластинку. Рядом с пробой наносят стандартные растворы, с содержанием 1,2,3...10 мкг, после чего пластинку помещают в хроматографическую камеру. После подъема фронта смеси растворителей ацетон-гексан (1:1) на 10 см, пластинку вынимают из камеры, сушат на воздухе, ~ 2 мин и помещают в эксикатор с раствором для хлорирования. Пластинку вынимают из эксикатора, выдерживают на воздухе 25 мин до полного выветривания хлора и опрыскивают проявляющим раствором. Препарат проявляется в виде темно-фиолетового пятна. Нижний предел обнаружения - 1 мкг. Величина $R_f$=0,58.

Расчет концентрации

Концентрацию санмайта (X) в воздухе в мг/м$^3$ вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G \cdot V}{V_1 \cdot V_{20}}$$ , где

G- количество препарата, найденное в хроматографируемом объеме пробы,мкг

V- общий объем раствора, мл;

$V_1$- объем аликвоты, нанесенной на пластинку,мл;

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

8.Требования безопасности

Выполняются в соответствии с "Правилами устройства, техники безопасности, производственной санитарии, противоэпидемического режима и личной гигиены при работе в лабораториях (отделениях, отделах) санэпидучреждений системы МЗ СССР № 2255-81 от 20.10.81.



gost.e-ecolog.ru