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

Том 2

gost.e-ecolog.ru

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 № 4987—89

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ПРОТИОФОСА В ВОЗДУХЕ МЕТОДАМИ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ И ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ*

Краткая характеристика препарата. Протиофос (токутион) — О-(2,4-дихлорфенил)-S-пропил-О-этилдитиофосфат. Брутто-формула $C_{11}H_{15}Cl_2O_2PS_2$. Молекулярная масса 344,9. Светлая маслянистая жидкость с характерным запахом дитиофосфатов. Т. кип. 125—128 °С при 13,3 Па, растворимость в воде 1,7 мг/л при 20 °С, хорошо растворяется в органических растворителях. Препарат относится к умеренно опасным веществам. ПДК в воздухе рабочей зоны 0,5 мг/м³.

Принцип метода. Метод основан на определении протиофоса газожидкостной или тонкослойной хроматографией. Отбор проб проводят с концентрированием на силикагеле марки МСМ.

Метрологическая характеристика метода. Предел обнаружения при газохроматографическом измерении 1 нг, при тонкослойной хроматографии — 0,5 мкг в анализируемом объеме. Нижний предел измерения в воздухе 0,003 мг/м³ (при отборе 30 л воздуха). Диапазон измерения концентрации в воздухе от 0,03 до 1,5 мг/м³ (ГЖХ) и от 0,017 до 4,6 мг/м³ (ТСХ).

Избирательность метода. Метод специфичен. Другие фосфорорганические соединения определению не мешают. Суммарная погрешность не превышает ±18% при ГЖХ и ±20% при ТСХ. Время выполнения измерения, включая отбор проб, 80—90 мин.

Реактивы и растворы. Ацетон ч. д. а. Гексан х. ч. Безводный сульфат натрия ч. д. а. Бромфеноловый синий водорастворимый ч. д. а. Силикагель *малозернистый МСМ, предварительно очищенный* от примесей путем кипячения в течение 2—3 ч в разбавленной азотной кислоте (1 : 1). Силикагель промывают проточной водой до нейтральной реакции, затем дистиллированной водой. Далее сорбент прокаливают при 200—300 °С в течение 6 ч. Нитрат серебра ч. д. а. Азот особой чистоты (газ-носитель). Технический азот можно использовать при работе на «Газохроме-1106» с ДЭЗ. Вата обезжиренная гигроскопическая. Водород газообразный. Сжатый воздух. 5% SE-30 на хроматоне N-супер (0,125—0,160 мм). 5% SE-30 на хезасорбе AW (0,250—0,360 мм). 3% OV-225 на хроматоне N-супер (0,200—0,250 мм). Стандартные растворы протиофоса в *н*-гексане 1 мкг/мл для ГЖХ и 100 мкг/мл — для ТСХ.

Проявляющие реагенты: растворяют в 10 мл ацетона 0,03 г бромфенолового синего, затем объем раствора доводят до 100 мл 0,5%-ным

---

* Разработаны С. Р. Мусамухамедовым, Е. А. Силантьевой (ТашМИ), Ж. Я. Сыровой (Республиканская СЭС Узбекской ССР).

водно-ацетоновым раствором нитрата серебра; 2%-ный раствор лимонной кислоты или 5%-ный раствор уксусной кислоты.

Приборы и посуда. Хроматографы: «Газохром-1106» с ДЭЗ, «Цвет-5» или другие аналогичные приборы с ТИД, ДЭЗ или ДПР. Колонки стеклянные хроматографические длиной 1—1,5 м с внутренним диаметром 3± ±0,5 мм, заполненные хроматоном N-супер (0,125—0,160 мм) с 5% SE-30. Ротационный вакуумный испаритель или аналогичный прибор для отгонки растворителей под вакуумом. Аспиратор электрический. Колбы: конические со шлифами и пробками вместимостью 250—500 мл; грушевидные со шлифами вместимостью 100—500 мл. Пипетки вместимостью 0,1 и 1,0 мл. Микрошприц МШ-10. Сушильный шкаф или термостат с температурой нагрева 200 °С. Камера для хроматографирования. Камера для опрыскивания. Пульверизатор стеклянный.

Отбор проб. 20—30 л воздуха, содержащего пары и аэрозоль протиофоса, аспирируют через гофрированную стеклянную трубку, заполненную 3—4 г силикагеля МСМ, со скоростью 1 л/мин.

Подготовка к анализу. Силикагель в гофрированной трубке промывают 10 мл *н*-гексана. С помощью вакуумного ротационного испарителя экстракт концентрируют до объема 0,5—1 мл.

Подготовка к газожидкостному хроматографированию. Стеклянные хроматографические колонки длиной 1 м с внутренним диаметром 3 мм заполняют хроматоном N-супер (0,2—0,25 мм), пропитанным 3% OV-225, или хроматоном N-супер (0,125—0,160 мм), пропитанным 5% SE-30.

Построение градуировочного графика. Для количественного определения протиофоса во введенной аликвоте используют метод абсолютной калибровки, который заключается в построении графика зависимости высоты или площади хроматографического пика от содержания вещества в стандартной пробе.

По оси ординат откладывают значения высот (площадей) хроматографических пиков в мл/мм², а по оси абсцисс — абсолютное количество исследуемого вещества, соответствующее данному пику.

Градуировочный график необходимо строить в день газохроматографического анализа проб в тех же условиях.

Ход анализа. Условия газожидкостного хроматографирования. Пробу (1—2 мкл) вводят микрошприцем в хроматографическую колонку, содержащую 5% SE-30. Температура, °С: колонки — 220, испарителя — 250, детектора — 230. Скорость потока газа-носителя 70 мл/мин. Скорость движения диаграммной ленты 60 мм/ч. Время удерживания 3 мин 35 с. Линейный диапазон детектирования 0,1—20 нг.

Условия хроматографирования в тонком слое. Подготовленный экстракт (аликвотную часть) наносят на стартовую линию хроматографической пластинки. Справа и слева от пробы наносят стандартные растворы, содержащие 1, 2, 4, 6, 10 мкг протиофоса. Пластинку помещают в хроматографическую камеру со смесью гексана и ацетона (4 : 1). После поднятия фронта подвижного растворителя на 10—12 см пластинку вынимают, сушат при комнатной температуре и обрабатывают бромфеноловым синим реагентом с последующим обесцвечиванием фона раствором лимонной или уксусной кислоты. Протиофос проявляется на серо-желтом фоне в виде голубовато-синих пятен. Величина R_f составляет 0,52±0,05.

Обработка результатов анализа. При определении методом ГЖХ концентрацию протиофоса в воздухе (X, мг/м³) вычисляют по формуле

$$X = \frac{AS_2V_7}{S_1V_1V_{20}},$$

где A — количество препарата в стандартном растворе, нг; S_1 — площадь или высота пика стандартного раствора препарата, мм^2 или мм; S_2 — площадь пика протиофоса, мм^2; V_1 — объем хроматографируемой пробы, мкл; V_2 — общий объем экстракта после упаривания, мл; V_{20} — объем пробы воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

При определении методом ТСХ количественное определение протиофоса в анализируемой пробе проводится путем денситометрирования на денситометре БИАН-170.

Концентрацию протиофоса в воздухе (X, мг/м^3) рассчитывают по формуле

$$X = \frac{GV_2}{V_1V_{20}},$$

где G — концентрация протиофоса, найденная в анализируемом объеме раствора, мкг; V_1 — объем раствора, взятого для анализа, мкл; V_2 — общий объем раствора, мл; V_{20} — объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к нормальным условиям, л.

Требования безопасности. Следует соблюдать общие правила безопасности при работе с химическими реактивами и пестицидами.

gost.e-ecolog.ru