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

т. 16, р. II

Данные методики апробированы и рекомендованы
в качестве официальных Группой экспертов при Госкомиссии,
болезнями растений и сорняками

Москва — 1987 г.

gost.e-ecolog.ru

"УТВЕРЖДАЮ"

Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР

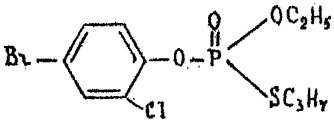
_____А.И.Заиченко

"3I" июля 1984г.

№ 3069

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ СЕЛЕКРОНА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

I. Краткая характеристика препарата



$C_{II}H_{I5}O_3PSBrCl$

М.м. 373,64

Селекрон (профенофос), действующее начало - О-(4-бром-2-хлор-фенил)- S -пропил-О-этилтиофосфат - жидкость светло-желтого цвета с плотностью I,455 г/см^3 при 20°С, точка кипения II0°С (при 0,00I мм рт. ст.), давление паров при 20°С $I0^{-5}$мм рт.ст. Селекрон растворим в большинстве органических растворителей (метанол, метилен хлористый, бензол, хлороформ, ацетон, гексан), растворимость в воде составляет 20 мг/л. При применении может находиться в воздухе в виде аэрозоля.

Величина ОБУВ I мг/м^3.

2. Методика определения селекрона в воздухе рабочей зоны

2.I. Основные положения

2.I.I. Принцип метода

Определение основано на использовании газожидкостной хроматографии при работе на приборе с термоионным детектором. Отбор проб проводится с концентрированием (фильтры "синяя лента").

2.I.2. Метрологическая характеристика

Предел измерения в хроматографируемом объеме пробы (3мкл) - 0,00I мкг. Предел измерения в воздухе 0,0I6 мг/м^3 (при отборе 20 л воздуха). Диапазон измеряемых концентраций 0,0I6 мг/м^3 - I,655 мг/м^3. Граница суммарной погрешности измерения ±I9,6%.

2.I.3. Избирательность метода

Определению не мешают большинство фосфорорганических соединений (хлорофос, гетерофос, карбофос, рогор, метафос). Определению мешает близкий по строению этафос.

2.2. Реактивы, растворы, материалы

Селекрон, х.ч.
Хлороформ, х.ч. ГОСТ 2I5-74
Ацетон, ч.д.а. ГОСТ 2603-79
Натрий сернокислый безводный, ч.д.а. ГОСТ 4I66-76
Хроматон N-AW силанизированный ГМДС с 5% ХЕ-60 (0,20 - (0,25 мм)
Газ-хром Q с 3% ОУ-225 (0,I5-0,I8 мм)
Бумажные фильтры беззольные "синяя лента" ТУ 6-09-I678-77
Азот газообразный в баллонах с редуктором

Водород
Воздух
Стандартные растворы селекрона в ацетоне с содержанием 100, 10 мкг/мл, готовят из х.ч. вещества.

2.3. Приборы и посуда

Хроматограф "Цвет-106" или аналогичный прибор, снабженный термионным детектором
Аспирационное устройство ТУ 64-1-862-77
Фильтродержатели
Испаритель ротационный с набором колб ИР-1М, ТУ 25-11-917-76
Колбы мерные на 25, 100 мл, ГОСТ 1770-74
Колбы круглодонные на 100 мл, ГОСТ 10394-72
Стаканы химические на 100 мл, ГОСТ 10394-72
Пипетки на 0,1; 1; 5; 10 мл с делениями, ГОСТ 20292-74
Воронки химические, ГОСТ 8613-75
Стеклянная хроматографическая колонка 1000х3 мм
Микрошприцы МШ-10 с ценой деления 0,2 мкл. ТУ2-833-106

2.4. Отбор проб

Воздух со скоростью 5 л/мин протягивают через фильтр "синяя лента". Для определения 1/2 ОБУВ необходимо отобрать 10л воздуха.

2.5. Проведение определения

2.5.1. Подготовка проб к анализу

Фильтры переносят в коническую колбу и экстрагируют трижды по 20 мл хлороформа или ацетона периодически встряхивая. Объединенные экстракты фильтруют через воронку с безводным сульфатом натрия и упаривают досуха на ротационном испарителе при температуре бани 35-45 °С. Сухой остаток растворяют в 10мл ацетона и хроматографируют аликвоту (2 мкл).

2.5.2. Условия газохроматографического анализа

Детектор термоионный	
Колонка стеклянная	I000x3 мм
Твердый носитель	газ-хром ; хроматон N-AW
Жидкая фаза	3% OV-225; 5% XE-60
Температура колонки	I90°C
Температура испарителя	230°C
Газ-носитель	азот
Скорость потока газа-носителя на выходе из колонки	40 мл/мин
Скорость потока водорода	30 мл/мин
Скорость потока воздуха	500 мл/мин
Скорость диаграммной ленты	240 мл/мин
Рабочая шкала электрометра	$50xI0^{-12}$а
Объем вводимой пробы	3 мкл
Линейность детектирования	I-I00 нг
Время удерживания	4 мин 56 сек. (XE-60)
	7 мин 47 сек (OV-225)

2.5.3. Обработка результатов анализа

Количество селекрона в пробе определяют методом соотношения со стандартами по площади пика.

Концентрацию селекрона (X) в воздухе в мг/м^3 рассчитывают по формуле;

$$X = \frac{G \cdot S_{пр} \cdot V_1}{S_{ст.} \cdot V \cdot V_{20}}$$

где

G - количество селекрона в стандартном растворе, введенном в хроматограф, нг;

$S_{пр}$ - площадь пика препарата в пробе, мм^2;

$S_{ст.}$ - площадь пика препарата в стандартном растворе, введенном в хроматограф, мм^2;

V_1 — общий объем пробы, мл;

V - объем пробы, взятый для хроматографирования, мкл;

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

3. 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-эпидемиологических учреждений системы МЗ СССР №2455-81 от 20.10.81.

4. Разработчики

Бунятян Д.А., Петросян М.С.
(Филиал ВНИИГИНТОКС , г. Ереван)

gost.e-ecolog.ru