ГОСКОМИССИЯ ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ,
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ ПРИ МИНСЕЛЬХОЗЕ СССР

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

ЧАСТЬ XIУ-я

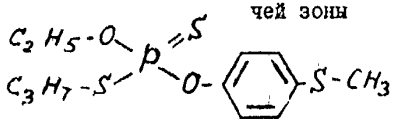
Москва - 1984

gost.e-ecolog.ru

"УТВЕРЖДАЮ"
Заместитель Главного Государственного санитарного врача СССР
_____ А.И.ЗАИЧЕНКО
"24" августа 1983 г.
№2846-83

ВРЕМЕННЫЕ
МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по газохроматографическому и хроматографическому измерению концентраций болстара в воздухе рабочей зоны



М.м. 322,17

Болстар [(супрофос), действующее начало О – (4 – метилтио-фенил) – S – пропил – О – этил дитиофосфат)] – бесцветное масло, Т.пл. 125°С, плотность 1,2 г/мл. Растворимость в воде менее $5 \cdot 10^{-2}$, хорошо растворим в гексане, метиленхлориде, изопропаноле. Применяется в виде 72% эмульсионного концентрата.

Агрегатное состояние в воздухе – пары и аэрозоль.

I. Характеристика метода

I. Определение основано на : I) хроматографировании в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зон локализации болстара: а) путем обработки 0,2% раствором хлористого палладия, б) путем обработки 0,5% раствором 2,6-дибром – *N* -хлорхинонимина в н-гексане, в) путем обработки бромфеноловым реагентом и 5% уксусной кислотой; 2) газожидкостной хроматографией с применением детектора по захвату электронов.

2. Отбор проб проводится с концентрированием (фильтр АФА-ВП-10, гексан).

3. Предел обнаружения в анализируемом объеме пробы – I мкг (ТСХ), 0,0005 мкг (ГЖХ).

4. Предел измерения в воздухе -0,05 мг/м^3 (ТСХ), 0,005 мг/м^3 (ГЖХ) (при отборе 20 л воздуха).

5. Диапазон измеряемых концентраций -0,05-I,0 мг/м^3 (ТСХ), 0,005-0,5 мг/м^3(ГЖХ).

6. Определению не мешают фозалон, рогор, базудин, антио, ГХЦГ и ДДТ.

7. Граница суммарной погрешности измерения-± II,4% (ТСХ), ± 5,7 % (ГЖХ).

8. Ориентировочно-безопасный уровень воздействия болстара – 0,1 (расчетный).

II. Реактивы, растворы и материалы

Болстар

Гексан, ч., ТУ 6-09-3375-78

Фильтры АФА-ВП-10 -

Стандартный раствор № I болстара в гексане. В мерную колбу на 50 мл наливают 10-15 мл гексана, взвешивают, добавляют 2-3 капли болстара, снова взвешивают и доводят до метки гексаном, рассчитывают содержание препарата в I мл. Срок хранения раствора-10 дней (в холодильнике, в темной посуде).

К методу ТСХ.

Хлороформ, *ч.д.а., ГОСТ 20015-74*

Эфир диэтиловый (для наркоза) Фармакопея СССР

Ацетон, *х.ч., ГОСТ 2603-79*

Хлористый палладий, МРТУ 6-09-1964-64

Бромфеноловый синий, ч.д.а., ТУ 6-09-1058-76

Азотнокислое серебро, ч.д.а., ГОСТ 1277-75

Уксусная кислота, *о.с.*ч., ГОСТ 18270-72

(Или лимонная кислота, х.ч., ГОСТ 3652-69)

Кислота соляная, х.ч., ГОСТ 3118-77

Подвижная фаза: 1) гексан-хлороформ (2:1); 2) гексан-ацетон (3:1); 3) гексан-диэтиловый эфир.

Проявляющий реактив № 1: 0,2% раствор хлористого палладия: 0,2 г хлористого палладия помещают в колбочку емкостью 100 мл, прибавляют 2 капли концентрированной соляной кислоты, опускают колбу в нагретую до 60-70°С водяную баню на 10-15 мин периодически встряхивая, после полного растворения содержимое колбы доводят до 100 мл водой. Раствор хранить в склянке с притертой пробкой 30 дней.

Проявляющий реактив № 2: а) 50 мг бромфенолового синего растворяют в 10 мл ацетона и доводят до 100 мл 1%-водно-ацетоновым раствором азотнокислого серебра (ацетон:вода-3:1). б) 5% уксусная кислота или 5% лимонная кислота. Растворы можно хранить 30 дней в склянке с притертой пробкой.

Стандартные растворы №№ 2, 3, 4 холестерина в гексане концентрации 100, 10 и 1 мг/мл. Готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № 1 гексаном. Срок хранения растворов - 10 дней (в холодильнике, в темной посуде).

К методу ГЖХ.

Твердый носитель - хроматон *N*-А-*W* ДМС*S* (0,16-0,20 мм)

Жидкая фаза SE-30

Газообразный азот, в баллоне с редуктором, МРТУ 602375-66

Стандартные растворы №№ 4, 5 болстара в гексане концентрации I; 0,5 мкг/мл. Готовят соответствующим разбавлением гексаном стандартного раствора № I. Срок хранения растворов - I0 дней (в холодильнике, в темной посуде).

Ш. Приборы и посуда.

Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-77

Фильтродержатели

Поглотительные приборы с пористой пластинкой № I

Колбы мерные, ГОСТ I770-74

Посуда стеклянная, химическая по ГОСТ I770-74

Ротационный испаритель ИР-IМ, ТУ 25-II-9I7-76

К методу ТСХ.

Хроматографические камеры, ГОСТ I0565-75

Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ I0391-74

Хроматографические пластинки "Силуфол" (ЧССР), I50 х I50 мм

Пипетки, ГОСТ 20292-74, на I, 2, 5 и I0мл

К методу ГЖХ

Хроматограф, с детектором по захвату электронов

Хроматографическая колонка, стеклянная, длиной I м и внутренним диаметром 3,5 мм

Микрошприц типа МШ-I0

Секундомер

Лупа и линейки измерительные

IУ. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью I,0 л/мин протягивают через последовательно соединенный фильтр АФА-ВП-IО в фильтродержателе и поглотительный прибор с пористой пластинкой, заполненный IО мл гексана, поглотительный прибор на время отбора проб помещается в сосуд со льдом. Для определения I/2 ПДК болстара следует отобрать не более 20 л воздуха (при анализе методом ГЖХ можно отбирать 2 л воздуха - для определения I/2 ПДК). Срок хранения проб - не более IО дней.

У. Условия анализа

Раствор из поглотительного прибора сливают в колбу для отгонки растворителей, прибор промывают дважды по IО мл гексана и этими растворами обрабатывают фильтр, после чего все гексановые вытяжки объединяют и упаривают на водяной бане при 80°С или под вакуумом при комнатной температуре до объема примерно 0,2-0,3мл и затем на воздухе досуха. Сухой остаток растворяют в 0,2-0,3мл гексана (при анализе методом ТСХ) или в I мл гексана (при анализе методом ГЖХ).

Условия анализа методом ТСХ.

Раствор пробы с помощью микропипетки наносят на пластинку. Стенки колбы смывают несколькими каплями растворителя, который наносят в центр пятна. Рядом с пробой наносят стандартные растворы, после чего пластинку помещают в хроматографическую камеру. После подъема фронта подвижных растворителей на IО см пластинку вынимают из камеры, сушат на воздухе и помещают на IО мин под источник УФ-света, затем ее опрыскивают проявляющим реактивом

№ I - раствором хлористого палладия. Болстар проявляется в виде красных пятен на светло-желтом фоне с величиной R_f = 0,45 ±0,05 при хроматографировании в системе подвижных растворителей гексан-хлороформ (2:I), R_f = 0,5-в системе гексан-ацетон (3:I), R_f = 0,75 в системе гексан-диэтиловый эфир (3:I).

При развитии хроматограмм в системе гексан-ацетон (4:I), R_f = 0,65 ± 0,02. Пластинку высушивают при комнатной температуре обрабатнвают проявляющим реактивом - бромфеноловым реагентом: Для закрепления и лучшего проявления сушат I0 минут при температуре I00°. Фон обесцвечивают 5% уксусной кислотой. На синем фоне проявляются четкие желтые пятна. Окраска устойчива долгое время.

Количественное определение болстара в анализируемой пробе проводится визуально при сравнении интенсивности окрашивания и площади пятен стандартных растворов и проб (линейность: 1-20мкг).

Условия анализа методом ГЖХ.

Длина колонки	I м
Диаметр колонки	35 мм
Твердый носитель	Хроматон N-A-W ДМСS
Жидкая фаза	5% SE-30
Температура: термостата колонки	250°С
испарителя	275°С
детектора	270°С
Газ-носитель	азот
Скорость потока газа-носителя	3 л/час
Шкала усилителя	$0,25 \cdot I0^{-I0}$ а
Объем вводимой пробы	5 мкл

Время удерживания болотара 4 мин 26 сек

Количественное определение проводят методом расчета по соотношению"площадь пика-концентрация" при вводе до анализа проб и после анализа в испаритель хроматографа 5 мкл стандартного раствора болстара 0,5 или I мкл/мл, вычисляют среднее арифметическое площадей пиков из 5 определений.

Если при вводе 5 мкл пробы получают очень большой пик болстара, готовят более разбавленный раствор, добавляя в конечный раствор определенное количество гексана.

Концентрацию болотара в воздухе (X) в мг/м^3 вычисляют по формуле: для ТСХ

$$X=\frac{q}{V_{20}}$$

для ГЖХ $$X=\frac{q_{cr}\cdot S_{np}\cdot V_1}{S_{cr}\cdot V\cdot V_{20}}$$, в которых

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

V_1 - общий объем пробы, мл

V - объем пробы, взятый для хроматографирования, мл

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

q_{cr} - количество препарата в стандарте введенном в хроматограф,мкг

S_{np} - площадь пика анализируемой пробы, мм^2

S_{cr} - площадь пика стандартной пробы, мм^2

УI. Требование безопасности

Соблюдать все требования безопасности, обычно рекомендуемые

для работы с органическими растворителями и пестицидами.

УII. Разработчики.

Чепкунов А.Б., Эшанходжаев Д.Ю.

Узбекский научно-исследовательский институт санитарии, гигиены и профзаболеваний.

gost.e-ecolog.ru