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

Часть 17-я

Данные методики апробированы и рекомендованы в качестве официальных Группой экспертов при Госкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками

Москва — 1988

gost.e-ecolog.ru

"УТВЕРЖДАЮ"

Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР

А.И.ЗАЙЧЕНКО

" 22 " мая 1985 г.

№ 3887-85

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ МИТРАНА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ

Митран представляет собой смесь двух активных веществ 4,4'-дихлордифенилэтанола (ДХДФЭ) и 4 -хлорфенил-(4'-хлорбензол)сульфоната (ХФХБС).

Краткая характеристика свойств препарата приведена в методических указаниях № 2371-81 и № 2432-81.

I. Характеристика метода

I. Определение основано на газохроматографическом разделении активных веществ митрана на колонке, содержащей смесь неподвижных фаз (OV-I7+QF-I) с помощью детектора постоянной скорости рекомбинации, а также хроматографировании в тонком слое силикагеля или оксида алюминия, с последующим обнаружением раствором азотнокислого серебра.

2. Отбор проб проводится с концентрированием (фильтр "синяя лента").

3. Пределы измерения в анализируемом объеме растворов, в воздухе, а также диапазоны измеряемых концентраций приведены в таблице.

4. Определению не мешают изомеры ГХЦГ, 2,4'- и 4,4'- ДДТ, ДДД, ДДЭ.

5. Граница суммарной погрешности измерения для ДХДФЭ и ХФХБС методом ГЖХ составляет ±I5,5% и ± I0,2% соответственно, а ТСХ ± I7,5%.

6. ОБУВ митрана 2 мг/м^3 в пересчете на сумму компонентов, аэрозоль

II. Реактивы, растворы, материалы

4,4'-Дихлордифенилэтанол (ДХДФЭ), 96,6%

4-Хлорфенил-(4'-хлорбензол)-сульфонат (ХФХБС), 96,2%

Таблица I

Характеристика метода

Метод	Наименование компонента	Предел измерения в анализируемом объеме проб (нг)	Предел измерения в воздухе* ($мг/м^3$)	Диапазон измеряемых концентраций ($мг/м^3$)
Г Х Х	ДХДФЭ	5	0,003	0,003-0,I
	ХФХБС	0,25	0,0002	0,0002-0,0I
Т С Х				
"Силуфол"	ДХДФЭ	250	0,0I	0,0I-0,3
	ХФХБС	250	0,0I	0,0I-0,3
"Алюфол"	ДХДФЭ	500	0,02	0,02-0,5
	ХФХБС	500	0,02	0,02-0,5

* приведены пределы измерения компонентов при отборе 30 л воздуха.

Ацетон, ч., ГОСТ 2603-79

Гексан, ч., ТУ 6-09-3375-78

Натрий сернокислый безводный, ГОСТ 4166-76

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

Стандартный раствор ДХДФЭ в гексане с содержанием 100 мкг/мл

Рабочий стандартный раствор (10 мкг/мл) для ГЖХ готовят путем разбавления основного. Хранят в холодильнике не более 1 мес.

Стандартный раствор ХФХБС в гексане с содержанием 100 мкг/мл

Рабочий стандартный раствор (0,5 мкг/мл) для ГЖХ готовят путем разбавления основного. Хранят в холодильнике не более 1 мес.

К методу ТСХ

Аммиак 25%-ный водный, ГОСТ 3760-79

Нитрат серебра, ГОСТ 1277-81

Пластинки стандартные хроматографические "Силуфол", "Алюфол" размером 150 х 150 мл (ЧССР)

К методу ГЖХ

Насадка для хроматографической колонки: 1,5% OV-17 + 1,95% QF-1 на хроматоне N-AW HMDS (0,125-0,160 мм) (приготовление в лабораторных условиях подробно описано в методических указаниях №2371-81).

Азот газообразный особой чистоты, ГОСТ 9293-74

Ш. Приборы и посуда

Баня водяная, ТУ 64-1-2850-76

Воронки химические диаметром 6 см, ГОСТ 8613-75

Колбы конические емкостью 50, 100 мл, ГОСТ 10394-72

Колбы грушевидные, ГОСТ 10394-72

Колбы мерные емкостью 100 мл, ГОСТ 1770-74

Концентраторы (описаны в методических указаниях №2779-83)

Пипетки мерные, ГОСТ 20292-74

Цилиндры мерные на 50 мл, ГОСТ 1770-74

Испаритель ротационный, МРТУ 42-2589-66

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

Фильтродержатели

К методу ТСХ

Камера хроматографическая, ГОСТ 10565-75

Облучатель ртутно-кварцевый, ТУ 64-1-1618-77

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 19391-63

К методу ГЖХ

Хроматограф с детектором постоянной скорости рекомбинации (ДПР) или по захвату электронов (ДЗЭ) марки "Цвет" или др.

Микрошприцы на 10 мкл

Колонки стеклянные хроматографические с внутренним диаметром 3 мм длиной 2 м

IУ. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 0,5-1,0 л/мин, аспирируют в течение 30 мин через двойной бумажный фильтр "синяя лента", закрепленный в фильтродержателе.

Пробы хранят в холодильнике не более 4 суток.

У. Условия анализа.

Измельченный бумажный фильтр помещают в коническую колбу и заливают 20 мл ацетона, экстрагируют в течение 1 час. Растворитель декантируют, экстракцию повторяют, экстракты объединяют.

Объединенный экстракт, содержащий активные компоненты, фильтруют в колбу для отгонки растворителя (грушевидную или концентратор) через прокаленный сернокислый натрий, помещенный в воронку, содержащую подложку из обезжиренной ваты. Ацетон отгоняют на ротационном испарителе под вакуумом до объема 0,1-0,2 мл.

Определение методом ТСХ

Аликвоту сконцентрированной пробы микрошприцом или микропипеткой наносят на хроматографическую пластинку. Справа и слева от пробы наносят стандартные растворы ДХДФЭ и ХФХБС (по 0,25, 1,5 мкг каждого).

Развитие хроматограмм производят в смеси гексана с ацетоном в объемном соотношении 7:1 или 10:1, соответственно, для пластинок "Силуфол" и "Алюфол".

После поднятия фронта растворителя на 10 см пластинку высушивают в горизонтальном положении в вытяжном шкафу до исчезновения запаха растворителя.

Хроматографическую пластинку обрабатывают проявляющим реагентом при помощи пульверизатора. Проявление завершают в ультрафиолетовом свете (до четкого проявления пятен стандартов). Зоны локализации препаратов обнаруживаются на хроматограммах в виде бурых пятен на белом фоне. Величина R_f ДХДФЭ и ХФХБС на силуфольных пластинках $0,41 \pm 0,03$ и $0,53 \pm 0,02$, а на алюфольных $0,48 \pm 0,03$ и $0,79 \pm 0,04$, соответственно.

Количественное определение действующих начал митрана в пробе производят визуально по интенсивности окраски и площади пятен либо денситометрически на приборе типа "Оптон".

Концентрацию каждого из компонентов в воздухе в мг/м^3 вычисляют по формуле:

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

G - количество препарата, найденное в хроматографируемой пробе, мкг;

V - общий объем пробы, мл;

v - объем пробы, взятый для хроматографирования, мл;

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

Определение методом ГЖХ

Остаток ацетона из концентрированного экстракта удаляют в токе азота особой чистоты, а "сухой" остаток немедленно (!) растворяют в 0,1-0,2 мл гексана.

Газохроматографическое определение ДХДФЭ и ХФХБС производят с ДПР или ДЗЗ на хроматографе марки "Цвет" в следующих условиях:

- температура колонки, испарителя и детектора, соответственно, 185, 230 и 230°С;
- скорость газа-носителя (азот особой чистоты) через колонку 70 мл/мин;
- шкала чувствительности электрометра $20 \cdot 10^{-12}$ а;
- скорость движения диаграммной ленты 240 мм/час.

Время удерживания ДХДФЭ и ХФХБС составляет, соответственно, 8,5 и 15,4 мин.

Расчет концентрации действующих начал митрана в воздухе производят по формуле:

$$X = \frac{G_{ст} \cdot v \cdot H_{пр}}{H_{ст} \cdot v \cdot v_{20}}$$, где

G - количество препарата в стандартном растворе, введенном в хроматограф, мкг;

$H_{ст}$ - высота пика на хроматограмме стандарта, мм;

$H_{пр}$ - высота пика на хроматограмме пробы, мм;

v_I - общий объем пробы, мл;

v - хроматографируемый объем пробы, мл;

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

УI. 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 санитарно-эпидемиологических учреждений системы Минздрава СССР (№2455-81, 20. IO. 81 г.).

УII. Разработчики

Клисенко М.А., Демченко В.Ф., Давидюк Е.И. (ВНИИПИНТОКС, г.Киев).

gost.e-ecolog.ru