МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

Всесоюзный научно-исследовательский институт
гигиены и токсикологии пестицидов, полимеров
и пластических масс

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЕСТИЦИДОВ В ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ И В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ

СБОРНИК МЕТОДИЧЕСКИХ УКАЗАНИЙ И РЕКОМЕНДАЦИЙ

К И Е В - 1 9 9 0 г.

gost.e-ecolog.ru

"УТВЕРЖДАЮ"

Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР

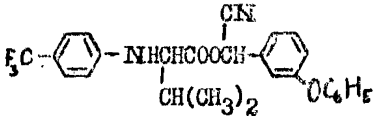
В.И.ЧИБУРАЕВ

"8" июня 1989 г.

№4965-89

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ МАВРИКА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Маврик (флувалинат) – (R)-3-метил-2-(4-трифторметил-2-хлорофениламино)бутановой кислоты (RS)-3-феноксо-α-цианобензиловый эфир.



М.м.503

Жидкость желтоватого цвета. Применяется против вредителей на виноградниках, овощных и плодовых культурах. Растворим в ацетоне, хлороформе, ксилоле, практически не растворим в воде.

I. Характеристика метода

1. Определение основано на хроматографировании анализируемого соединения методом газо-жидкостной хроматографии с детектором постоянной скорости рекомбинации (ДПР) и в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зон локализации препарата путем обработки раствором аммиаката серебра.

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

3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы:

10 нг (ГЖХ; 5мкг (ТСХ).

4. Предел измерения в воздухе (при отборе 20 л – ТСХ; 10 л – ГЖХ) 0,25 мг/м³.

5. Диапазон измеряемых концентраций 0,25-5,0 мг/м^3.

6. Определению не мешают наполнители технического препарата.

7. Граница суммарной погрешности измерения 18,7% (ГЖХ). 25% (ТСХ)

8. ОБУВ маврика 0,5 мг/м^3

II. Реактивы, растворы, материалы

К методу ГЖХ

Азот газообразный, ГОСТ 9293-74

Воздух

Ацетон, ч., ГОСТ 2603-79

Носитель для колонки – 5% SE-30 на хроматоне N-AW (0,16-0,20 мм)

К методу ТСХ

Аммиак водный 25%, ГОСТ 3760-79

Ацетон, ч., ГОСТ 2603-78

Нитрат серебра, ГОСТ 1277-81

Сульфат натрия безводный, ГОСТ 4166-76

Пластинки "Силуфол" (Хемапол, ЧССР)

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

Основной стандартный раствор маврика содержащий 100 мкг/мл, готовят растворением в ацетоне 10 мг вещества в мерной колбе на 100 мл. Хранят в холодильнике в течение 1 месяца.

Подвижная фаза гексан-ацетон 4:1

Проявляющий реактив – водно-ацетоновый раствор аммиаката серебра

Навеску нитрата серебра 0,5 г растворяют в 5 мл дистиллированной воды, добавляют 10 мл аммиаката (d = 0,9 г/см^3) и доводят объем до 100 мл ацетоном. Срок хранения в холодильнике 5-6 дней.

Ш. Приборы и посуда

Газовый хроматограф с детектором постоянной скорости рекомбинации (Цвет"и др. марки с ДПР).

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

Ротационный вакуумный испаритель для отгонки растворителей ИР-1,ТУ 25-11-91776

Воронки химические ф 60 см, ГОСТ 8613-75

Микрошприц МШ-10,ТУ 2-833-106

Колонка стеклянная длина 1 м, внутренний диаметр 3 мм

Секундомер С-1-2а,ГОСТ 50-72-67

Колбы конические емк. 100 мл,ГОСТ 1770-74

Колбы грушевидные для отгонки растворителей,ГОСТ 10394-72

Пипетки мерные емк. 0,1; 1 и 10 мл,ГОСТ 1770-74

Цилиндры мерные 500,100 мл,ГОСТ 1770-74

Пульверизатор стеклянный,ГОСТ 10391-79

Лампа ртутно-кварцевая,ТУ 61-1-16-18-77

Фильтродержатель

IУ. Условия отбора проб

Воздух со скоростью 2 л/мин аспирируют через помещенный в фильтродержатель бумажный фильтр "синяя лента".

У. Условия анализа

Бумажный фильтр, содержащий аэрозоль из фильтродержателя помещают в коническую колбу и заливают 20 мл ацетона, экстрагируют дважды в течение 1 час . Объединенный экстракт сливают в колбу для отгонки растворителя. Отгоняют растворитель под вакуумом 0,2-0,3 мл при температуре бани 40°С. Досуха упаривают на воздухе.

Остаток в колбе растворяют в I мл ацетона и хроматографируют ГЖХ и ТСХ.

Определение методом ГЖХ

Газохроматографическое определение маврика производится с детектором постоянной рекомбинации (ДПР) при следующих условиях хроматографирования:

Носитель - хроматон N-AW(0,16-0,20 мм)

Неподвижная фаза - 5% SE-30

Колонка стеклянная I м х 3 мм, заполненная носителем на 0,5-0,6 м

Скорость газа-носителя - 50 мл/мин

Шкала электрометра 20.10^{-12}а

Температура колонки 220°С

Температура испарителя 240°С

Температура детектора 240°С

ВВодимый объем 3 мкл.

Линейный диапазон детектирования 2-50 нг

Минимально детектируемое количество 5 нг

Время удерживания при указанных условиях I2,6 мин

Расчет концентрации препарата X мг/м^3 в воздухе проводят по формуле $X = \frac{G \cdot V_1 \cdot S_{пр}}{S_{ст} \cdot V \cdot V_{20}}$, где

G - количество стандартного препарата, введенного в хроматограф в мкг;

$S_{ст}$ - площадь пика стандартного раствора, мм^2

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

V_1 - общий объем экстракта, введенного в хроматограф, мл;

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

Определение методом ТСХ

Пробу, сконцентрированную до объема 0,1-0,3 мл количественно наносят на силуфольную пластинку при помощи капиллярной пипетки так, чтобы диаметр пятна не превышал 1 см. Центр пятна должен быть на расстоянии 2 см от нижнего края пластинки. Колбу с экстрактом 2-4 раза смывают небольшими порциями ацетона, который также наносят в центр пятна. Справа и слева от пробы наносят стандартные растворы пестицида 3,5,10,15 мкг. Затем пластинку помещают в хроматографическую камеру, в которую наливают смесь гексан-ацетон 4:1. После поднятия фронта растворителя на 10 см пластинку вынимают и оставляют на несколько минут на воздухе для испарения подвижного растворителя.

Для обнаружения карбрика пластинку последовательно обрабатывают: 1) 1% водным раствором иода; 2) нагревают в шкафу при 100^{0} в течение 10 мин; 3) опрыскивают раствором аммиаката серебра; 4) помещают под УФ-облучение на 20 мин. Препарат проявляется в виде пятна серо-черного цвета $R_f = 0,5 \pm 0,05$

Количество препарата в пробе определяют сравнением окраски и площади пятен пробы с и стандартного раствора.

Концентрацию препарата X в воздухе в мг/м^3 вычисляют по формуле: $X = \frac{G}{V_{20}}$, где

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

V_2 - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

VI Требования безопасности

Необходимо соблюдать общепринятые правила техники безопасности при работе с органическими растворителями и токсическими веществами.

VII. Методика разработана

Гиренко Ц.Б., Морару Л.Е. (Киев, НИИПИНТОКС).

gost.e-ecolog.ru