Министерство сельского хозяйства
Российской Федерации

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

Сборник № 21
Часть 2-ая

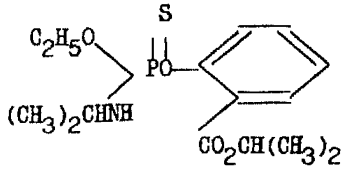
МОСКВА
ЦЕНТР НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ИНФОРМАЦИИ,
ПРОПАГАНДЫ И РЕКЛАМЫ
1994 г.

gost.e-ecolog.ru

Утверждено Министерством
здравоохранения СССР
" 29 " июля 1991 г.
№ 6087-91

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ОФТАНОЛА-Т (ПО ИЗОФЕНФОСУ) В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Офтанол-Т - смесевой препарат: изофенфос с добавкой 10% ТМТД



$C_{15}H_{24}NO_4PS$

М.м. 345,4

Изофенфос (амаз,офтанол) - бесцветное масло, не перегоняющееся в вакууме без разложения.Давление паров при 20°С $4 \cdot 10^{-5}$ мм рт.ст. Растворимость в воде 23,8 г/л,в циклогексане, метиленхлориде ~ 60%. В щелочной среде гидролизуется.

$ЛД_{50}$ для крыс 28-38,7 мг/кг, для мышей 91,3-127 мг/кг.

Токсичен для пчел. Офтанол-Т выпускается в виде 40% смачивающегося порошка. Агрегатное состояние в воздухе при применении - аэрозоль.

ПДК офтанола -Т в воздухе рабочей зоны еще не установлена

1. Характеристика метода

Определение основано на газожидкостной хроматографии с применением термоионного детектора.

Отбор проб производится с концентрированием (фильтры "синяя лента", полиуретановая прокладка, полисорб в "патроне")

Разработчик: М.В.Письменная, ВНИИГИНТОКС, г.Киев

Предел обнаружения в анализируемом объеме пробы 0,2 нг.

Предел измерения в воздухе - 0,0015 мг/м^3 (при отборе 150 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций 0,0015-1 мг/м^3.

Определению не мешают ТМТД, фосфамид, хлорофос, релдан, метилнитрофос и др. (Относительное время удерживания по метафосу 2,5).

Граница суммарной погрешности измерения $\pm$ 15,9 %

2. Реактивы, растворы и материалы

Изофенфос, хч.

Ацетон, хч., ГОСТ 2603-79.

Стандартная фаза 5% SE-30 на хроматоне N-AW-HMDS.

Азот в баллоне, ГОСТ 9293-74.

Водород в баллоне, ГОСТ 3022-80, или получаемый из генератора водорода

Воздух из баллона, ГОСТ 9010-80, или нагнетаемый компрессором.

Фильтры беззольные "синяя лента".

Пенополиуретановая прокладка, ТУ 6-09-2827-77, (толщина 2 см) вырезанная по размеру фильтродержателя (d=8 см), промытая предварительно в ацетоне тремя порциями растворителя и просушенная при комнатной температуре.

Полисорб С-60/100, ТУ 6-05-211-1313-86, предварительно промытый ацетоном, либо "Тенекс".

Стандартный раствор №1 изофенфоса, содержащий 100 мкг/мл вещества, готовят растворением 10 мг препарата в мерной колбе в 100 мл ацетона.

Стандартные растворы №2,3,4 содержащие соответственно 10;1;0,5 мкг/мл изофенфоса, готовят растворением раствора №1.

3. Приборы и посуда

Газовый хроматограф с термоионным детектором.

Хроматографическая колонка стеклянная, длина 1 м, внутренний диаметр 3 мм.

Аспирационное устройство для отбора воздуха, ТУ 64-1-862-77.

Весы аналитические ВЛА-200 ГМ, 2 кл, ГОСТ 19491-74.

Фильтродержатели.

Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М, ТУ 25-11-917-76,с набором колб для отгонки емкостью 50,100 мл.

Пипетки,ГОСТ 1770-74,на 0,1-5 мл.

Секундомер.

Микрошприц емкостью 10 мкл, МШ-10, ТУ 5Е 2.833,024.

4. Условия отбора проб воздуха

Воздух с обьемным расходом 5 л/мин аспирируют через фильтр "синяя лента" и пенополиуретановую прокладку, вложенные последовательно в один фильтродержатель либо через фильтр "синяя лента",вложенный в фильтродержатель и последовательно соединенную с ним гофрированную трубку, заполненную полисорбом (либо тенексом). Максимальное время отбора 30 мин. Срок хранения проб не более 3-х суток.

5. Условия анализа

Фильтр вынимают из фильтродержателя, измельчают ножницами на кусочки размером ~1 $см^2$,помещают в стакан и заливают 10 мл ацетона.Оставляют на 15 мин периодически встряхивая сливают ацетон в колбу для отгонки растворителей.Затем экстрагируют офтанол-Т из фильтра новой порцией ацетона. Обьединяют ацетоновые экстракты. Пенополиуретановую прокладку переносят в стакан и заливают 25 мл ацетона,оставляют на 15 мин. Сливают растворитель,отжимая прокладку стеклянной палочкой,и обьединяют его с экстрактом,полученным при извлечении из фильтра.Пенополиуретановую прокладку промывают новой порцией (15 мл) ацетона и обьединяют ее с экстрактом.

Концентрируют полученный экстракт до ~0,5 мл на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не более 45°. Переносят экстракт в мерную пробирку, ополаскивая колбу ацетоном. Доводят экстракт в мерную про-

бирку, ополаскивая колбу ацетоном. Доводят экстракт в пробирке до 2 мл ацетоном и анализируют методом ГЖХ.

Если вместо пенополиуретановой прокладки отбор пробы воздуха проводили на полисорб (тенекс), то для извлечения пестицида к гофрированной трубке с сорбентом присоединяют на стык небольшую воронку и промывают сорбент 50 мл ацетона. Воронку следует присоединить к тому концу трубки, который был соединен с аспиратором. Ацетоновый экстракт объединяют с экстрактом, полученным при извлечении пестицида из фильтра, концентрируют как описано выше и анализируют методом ГЖХ.

Анализ методом ГЖХ

Детектор термоионный

Длина колонки 1 м

Внутренний диаметр колонки - 3 мм

Неподвижная фаза - 5% SE-30 на хроматоне N-AW-ДМСS

Температура колонки - 190°С

Температура испарителя -260°С

Газ-носитель-азот

Скорость газа-носителя-22 мл/мин

Скорость потока водорода 14 - 17 мл/мин

Скорость потока воздуха 400 мл/мин

Рабочая шкала электрометра 2.10^{-10}а

Скорость диаграммной ленты 240 мм/час

Объем вводимой пробы 3-5 мкл

Время удерживания изофенфоса 4,8 мин

Время удерживания относительно метафоса 2,5

Линейный диапазон определения 0,2-2,5 нг

Количественное определение проводят методом соотношения со стандартом по высоте хроматографического пика. Концентрацию пестицида (по изофенфосу) в воздухе рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{C_{ст} \cdot V_{ст} \cdot H_{пр} \cdot V_{пр}}{H_{ст} \cdot V_{а} \cdot V} \quad мг/м^3, \text{ где}$$

$C_{ст}$ – концентрация пестицида в стандартном растворе, вводимом в хроматограф, мкг/мл;

$V_{ст}$ – объем стандартного раствора, введенного в хроматограф, мкл;

$H_{ст}$ – высота пика стандартного раствора, введенного в хроматограф, мм;

$H_{пр}$ – высота пика исследуемого раствора, мм;

$V_{а}$ – объем экстракта, введенного в хроматограф, мкл;

$V_{пр}$ – конечный объем анализируемого экстракта, мл;

V – объем отобранного воздуха, приведенный к нормальным условиям, л.

3. Требования безопасности

Соблюдать все необходимые требования при работе в химических лабораториях с органическими растворителями и токсическими веществами.

gost.e-ecolog.ru