СПРАВОЧНИК

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

Том 2

gost.e-ecolog.ru

Утверждено 08.06.89 № 5049—89

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ФОСПИНОЛА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ*

Краткая характеристка препарата. Фоспинол (АСА-1) — 1,2,5-триметил-4-диметил-фосфон-пиперидол-4. Брутто-формула $C_{10}H_{22}NO_4P$. Молекулярная масса 251. Химически чистый препарат представляет собой белое кристаллическое вещество с характерным запахом. Т. пл. 113—114 °С. Хорошо растворим в воде, этиловом и бутиловом спиртах. Трудно растворим в эфире и хлороформе. В воздухе может находиться в виде аэрозоля. ОБУВ препарата в воздухе рабочей зоны 3 мг/м³.

Принцип метода. Метод основан на извлечении препарата с фильтров «синяя лента» этиловым спиртом, концентрировании экстрактов и хроматографировании в тонком слое пластинок «Силуфол». В качестве подвижной фазы применяют систему метанол — буферный раствор (pH 4,01) в соотношении 2 : 3. Зоны локализации фоспинола обнаруживают *о*-толидиновым реагентом после хлорирования. Отбор проб проводят с концентрированием (бумажный фильтр «синяя лента»).

Метрологическая характеристика метода. Предел определения в анализируемой пробе 5 мкг, в воздухе рабочей зоны — 0,2 мг/м³ (при отборе 25 л воздуха). Диапазон измеряемых концентраций 0,2—1 мг/м³. Граница суммарной погрешности измерения ±19,86%.

Избирательность метода. Определению не мешают соединения, близкие по структуре и области применения (пикс, нитрапирин, ивин и т. д.).

---

* Разработаны Ю. А. Бунятяном, А. А. Геворгян (Филиал ВНИИГИНТОКС).

Реактивы и растворы. Фоспинол х. ч. Этиловый спирт х. ч. Иодид калия х. ч. Уксусная кислота х. ч. Перманганат калия х. ч. Хлороводородная кислота х. ч. *о*-Толидин х. ч. Калий фталевокислый кислый ч. д. а. Метанол х. ч. Пластинки для тонкослойной хроматографии «Силуфол» $УФ_{254}$. Стандартные растворы в этаноле с содержанием фоспинола 10, 50 и 100 мкг/мл.

Проявляющий реагент: 0,16 г *о*-толидина растворяют в 30 мл уксусной кислоты, доводят объем до 500 мл дистиллированной водой и прибавляют 1 г иодида калия. Раствор при хранении в темной склянке годен к употреблению в течение 1 мес.

Хлорирующая смесь: на дно эксикатора помещают чашку Петри с 5 г перманганата калия и осторожно приливают 15 мл концентрированной хлороводородной кислоты. Хлорирование можно проводить через 5—10 мин. Смесь готовят непосредственно перед употреблением.

Приборы и посуда. Аспирационное устройство. Ротационный вакуумный испаритель. Камера хроматографическая. Пипетки вместимостью 1, 5, 10 мл. Пульверизатор стеклянный. Колбы: конические на 100 мл; мерные на 50 и 100 мл; круглодонные со шлифом вместимостью 100 мл. Воронки химические. Микропипетки вместимостью 0,1 мл. Механический встряхиватель. Камера для хлорирования (эксикатор на 2—3 *л*).

Отбор проб. Исследуемый воздух со скоростью 5 л/мин аспирируют через фильтр «синяя лента», помещенный в фильтродержатель. Для определения $^1/_2$ ОБУВ достаточно отобрать 4 л воздуха. Длительность хранения проб в холодильнике — не более двух дней.

Ход анализа. Подготовка проб анализу. Фильтры помещают в коническую колбу, заливают 20 мл этилового спирта и проводят экстракцию на встряхивателе в течение 15 мин. Экстракт сливают в колбу для отгонки растворителя и повторяют экстракцию 20 мл этилового спирта еще дважды. Растворитель концентрируют на ротационном вакуумном испарителе до 0,5 мл и количественно переносят на хроматографическую пластинку.

Условия хроматографирования. Пластинку с нанесенными пробами и стандартными растворами помещают в хроматографическую камеру со смесью метанола и 0,05 М водного раствора калия фталевокислого кислого (pH 4,01) в соотношении 2 : 3. После поднятия фронта растворителя на 10—12 см пластинку вынимают, сушат на воздухе и помещают в эксикатор с парами хлора на 5 мин. Затем под тягой удаляют пары хлора и обрабатывают пластинку из пульверизатора *о*-толидиновым реагентом. Места локализации фоспинола проявляются в виде темно-фиолетовых пятен на сероватом фоне с величиной R_f 0,41±0,02. Линейность зависимости площади пятна от количества препарата соблюдается в интервале 1—25 мкг.

Обработка результатов анализа. Концентрацию фоспинола в воздухе (X, мг/м^3) вычисляют по формуле

$$X = \frac{G}{V_{20}},$$

где G — количество препарата, найденное в анализируемой пробе, мкг; V_{20} — объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

Требования безопасности. Необходимо соблюдать общепринятые правила при работе с органическими растворителями и токсичными веществами.

gost.e-ecolog.ru