

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 XIV-я

Москва - 1964

"УТВЕРЖДАЮ"

Заместитель Главного Государственного санитарного врача СССР

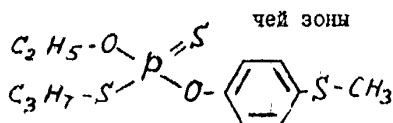
А. И. ЗАЙЧЕНКО

" 24 " августа 1985 г.

№ 2846-85

ВРЕМЕННЫЕ
МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по газохроматографическому и хроматографическому
измерению концентраций болстара в воздухе рабо-



И.м. 322, I7

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

Агрегатное состояние в воздухе - пары и аэрозоль.

I. Характеристика метода

I. Определение основано на : 1) 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 -хлорхинонилина 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-ВН-10, гексан).

3. Предел обнаружения в анализируемом объеме пробы - 1 мкг (ТСХ), 0,0005 мкг (ГЭХ).

4. Предел измерения в воздухе - 0,05 мг/м³ (ТСХ), 0,005 мг/м³ (ГЭХ) (при отборе 20 л воздуха).

5. Диапазон измеряемых концентраций - 0,05-1,0 мг/м³ (ТСХ), 0,005-0,5 мг/м³ (ГЭХ).

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

7. Граница суммарной погрешности измерения - ± 11,4% (ТСХ), ± 5,7 % (ГЭХ).

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

II. Реактивы, растворы и материалы

Болстар

Гексан, ч., ТУ 6-09-3375-78

Фильтры АФА-ВН-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 1 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) Фармакопей 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.л.ч.*, ГОСТ 18270-72
 (Или лимонная кислота, х.ч., ГОСТ 3652-69)
 Кислота соляная, х.ч., ГОСТ 3118-77

Подвижная фаза: 1) гексан-хлороформы (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°C 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 болстара 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-A-W ДМС, S (0,16-0,20 мм)

Жидкая фаза S E-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 - 10 дней (в холодильнике, в темной посуде).

III. Приборы и посуда.

Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-77

Фильтродержатели

Поглотительные приборы с пористой пластинкой № I

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74

Посуда стеклянная, химическая по ГОСТ 1770-74

Ротационный испаритель ИР-1М, ТУ 25-11-917-76

К методу ТСХ.

Хроматографические камеры, ГОСТ 10565-75

Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 10391-74

Хроматографические пластинки "Силуфол" (ЧССР), 150 x 150 мм

Пипетки, ГОСТ 20292-74, на 1, 2, 5 и 10 мл

К методу ГЭХ

Хроматограф, с детектором по захвату электронов

Хроматографическая колонка, стеклянная, длиной 1 м и внутренним диаметром 3,5 мм

Микропипец типа ММ-10

Секундомер

Лупа и линейки измерительные

IV. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 1,0 л/мин протягивают через последовательно соединенный фильтр АЭА-ВП-10 в фильтродержателе и поглотительный прибор с пористой пластинкой, заполненный 10 мл гексана, поглотительный прибор на время отбора проб помещается в сосуд со льдом. Для определения 1/2 ПДК болстара следует отобрать не более 20 л воздуха (при анализе методом ГЖХ можно отбирать 2 л воздуха - для определения 1/2 ПДК). Срок хранения проб - не более 10 дней.

V. Условия анализа

Раствор из поглотительного прибора сливают в колбу для отгонки растворителей, прибор промывают дважды по 10 мл гексана и этими растворами обрабатывают фильтр, после чего все гексановые вытяжки объединяют и упаривают на водяной бане при 80°C или под вакуумом при комнатной температуре до объема примерно 0,2-0,3 мл и затем на воздухе досуха. Сухой остаток растворяют в 0,2-0,3 мл гексана (при анализе методом ТСХ) или в 1 мл гексана (при анализе методом ГЖХ).

Условия анализа методом ТСХ.

Раствор пробы с помощью микропипетки наносят на пластинку. Стенки колес 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 10 см пластинку вынимают из камеры, сушат на воздухе и помещают на 10 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 $R_f' = 0,45 \pm 0,05$ при хроматографировании в системе подвижных растворителей гексан-хлороформ (2:1), $R_f' = 0,5$ в системе гексан-ацетон (3:1), $R_f' = 0,75$ в системе гексан-диэтиловый эфир (3:1).

При развитии хроматограмм в системе гексан-ацетон (4:1), $R_f' = 0,65 \pm 0,02$. Пластинку высушивают при комнатной температуре обрабатывают проявляющим реактивом - бромфеноловым реагентом: Для закрепления и лучшего проявления сушат 10 минут при температуре 100°C . 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: 1-20 мкг).

Условия анализа методом ГЖХ.

Длина колонки	1 м	
Диаметр колонки	35 мм	
Твердый носитель	Хроматон N-A-W	ДМГС
Жидкая фаза	5% SE-30	
Температура: термостата колонки		250°C
	испарителя	275°C
	детектора	270°C
Газ-носитель		азот
Скорость потока газа-носителя		3 л/час
Шкала усилителя		$0,25 \cdot 10^{-10}\text{a}$
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 болотара 0,5 или I мкл/мл, вычисляют среднее арифметическое площадей пиков из 5 определений.

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

Концентрацию болотара в воздухе (X) в мг/м³ вычисляют по формуле: для ТСХ

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

для ГЖХ .. $X = \frac{y_{cr} \cdot S_{np} \cdot V_i}{S_{cr} \cdot V \cdot V_{20}}$, в которых

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

V_i - общий объем пробы, мл

V - объем пробы, взятый для хроматографирования, мл

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

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

S_{np} - площадь пика анализируемой пробы, мм²

S_{cr} - площадь пика стандартной пробы, мм²

VI. Требования безопасности

Соблюдать все требования безопасности, обычно рекомендуемые

для работы с органическими растворителями и пестицидами.

УИ. Разработчики.

Чепкунов А.Б., Эшанходжаев Д.Ю.

Узбекский научно-исследовательский институт санитарии, гигиены
и профзаболеваний.