

**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

"УТВЕРЖДАЮ"

Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР

А.И.ЗАИЧЕНКО

" 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

1. Определение основано на газохроматографическом разделении активных веществ митрана на колонке, содержащей смесь неподвижных фаз (OV-17+QF-1) с помощью детектора постоянной скорости рекомбинации, а также хроматографировании в тонком слое силикагеля или оксида алюминия, с последующим обнаружением раствором азотнокишлого серебра.
2. Отбор проб проводится с концентрированием (фильтр "ония 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 $\pm 15,5\%$ и $\pm 10,2\%$ соответственно, в ТСХ $\pm 17,5\%$.
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 (нл):	Предел измерения: :в воздухе ^ж :(мг/м ³)	Диапазон измеря- :емых concentra- :ций (мг/м ³)
Г Ж Х	ДХДФЭ	5	0,003	0,003-0,1
	ХФХЭС	0,25	0,0002	0,0002-0,01
Т С Х "Силуфол"	ДХДФЭ	250	0,01	0,01-0,3
	ХФХЭС	250	0,01	0,01-0,3
"Алифол"	ДХДФЭ	500	0,02	0,02-0,5
	ХФХЭС	500	0,02	0,02-0,5

^ж приведены пределы измерения компонентов при отборе 30 л воздуха.

Ацетон, ч., ГОСТ 2603-79

Гексан, ч., ТУ 6-09-3375-78

Натрий сернистый 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 x 150 мм (ЧССР)

К методу ГЖХ

Насадка для хроматографической колонки: 1,5% ОУ-17 + 1,95% QF-1 на хроматоне N-Aw HMDС (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-I-862-77

Фильтродержатели

К методу ТХХ

Камера хроматографическая, ГОСТ 10565-75

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

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 19391-63

К методу ГХХ

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

Микрошприцы на 10 мкл

Колонки стеклянные хроматографические с внутренним диаметром 3 мм длиной 2 м

IV. 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.

V. Условия анализа.

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

Объединенный экстракт, содержащий активные компоненты, фильтруют в колбу для отгонки растворителя (грушевидную или концентратор) через прокаленный серникоксидный 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 микро-пишеткой 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 бурных 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 $\text{мг}/\text{м}^3$ вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G \cdot U}{V \cdot V_{20}}, \text{ где}$$

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

U - 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 ХФХЭС производят с ДПР или ДЭЗ на хроматографе марки "Цвет" в следующих условиях:

- температура колонки, испарителя и детектора, соответственно, 185, 230 и 230°C;

- 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 ХФХЭС составляет, соответственно, 8,5 и 15,4 мин.

Расчет концентрации действующих начал митрана в воздухе производят по формуле:

$$X = \frac{G_{\text{ст}} \cdot V \cdot H_{\text{пр}}}{H_{\text{ст}} \cdot V \cdot V_{20}^{\text{л}}}, \text{ где}$$

$G_{\text{ст}}$ - количество препарата в стандартном растворе, введенном в хроматограф, мкг;

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

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

V_{I} - общий объем пробы, мл;

V - хроматографируемый объем пробы, мл;

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

VI. 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. 10. 81 г.).

VII. Разработчики

Клисенко М.А., Демченко В.Ф., Давиджк Е.И. (ВНИИЛИНТОКС, г.Ки-ев).