

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

Всероссийский 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.

" УТВЕРЖДАЮ "

Заместитель Главного Государственного  
санитарного врача СССР

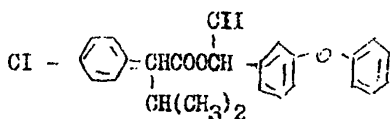
В.И.ЧИГУРАЕВ

" 8 " июня 1989 г.

№4966-89

### ВРЕМЕННЫЕ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ОПРЕДЕЛЕНИЮ  
СУМИ-АЛЬФА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



$C_{25}H_{22}O_3Cl$

М.м. 419,91

S -  $\alpha$ -циано-3-феноксипензил (S)-2-(4-хлорфенил)-3-метилбутира т.  
Активный изомер рацемического фенвалерата. Жидкость светло-жел-  
того цвета. Применяется в с/х на плодовых, овощных культурах и  
хлопчатнике. Давление паров при 20°C  $2,6 \cdot 10^{-7}$  мм рт.ст. Раство-  
рим в ксилоле, ацетоне, циклогексане, этилацетате, спирте, хло-  
роформе.

#### 1. Характеристика метода

1. Определение основано на хроматографировании анализируемо-  
го соединения методом газо-жидкостной хроматографии с детектором  
постоянной скорости рекомбинации (ДПР) и в тонком слое силика-  
геля с последующим обнаружением зон локализации препарата путем  
обработки растворов аммиака серебра.

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

3. 3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы: 2 мкг (ГЖХ)  
3 мкг (ТСХ)

4. Предел измерения в воздухе (при отборе 30 л воздуха) -  
ГЖХ - 0,05 мг/м<sup>3</sup>, ТСХ - 0,1 мг/м<sup>3</sup>

5. Диапазон измеряемых концентраций 0,05-0,1 мг/м<sup>3</sup>,  
ТСХ - 0,1-0,5 мг/м<sup>3</sup>

6. Определению не мешают наполнители технического препарата

7. Граница суммарной погрешности измерения  $\pm 17,6$  (ГЖХ)  
 $\pm 21,3$  (ТСХ).

II. Реактивы, растворы, материалы

К методу ГЖХ

Азот газообразный, ГОСТ 9293-74

Воздух

Хроматон П-АМ (0,16-0,20 мм) с 5% SE-30 (Хематол, ЧССР)

К методу ТСХ

Аммиак водный 25%, ГОСТ 3760-79

Ацетон, ч., ГОСТ 2601-79

Гексан, ч., ТУ 6-09-3375-78

Нитрат серебра, ГОСТ 1277-81

Сульфат натрия безводный, ГОСТ 4166-76

Пластинки "Силуфол" (Хематол, ЧССР)

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

Основной стандартный раствор сумм-альфа, содержащий 100 мкг/мл, вещества, готовят растворением в ацетоне 10 мг вещества в мерной колбе на 100 мл. Хранят в холодильнике в течении 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 7 мл аммиака ( $d = 0,9$  г/см<sup>3</sup>) и доводят объем до 100 мл ацетоном. Срок хранения в холодильнике

5-6 дней.

## II. Приборы и посуда

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

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

Ротационный вакуумный испаритель для отгонки растворителей, ТУ 64, I-862-77

Воронки химические  $\phi$  60 см, ГОСТ 8613-75

Колбы конические емкостью 100 мл, ГОСТ 1770-74

Колбы грушевидные для отгонки растворителей, ГОСТ 10394-72

Пипетки мерные емкостью 0,1, 1 и 10 мл, ГОСТ 1770-74

Цилиндры мерные на 500, 100 мл, ГОСТ 1770-74

Колонка стеклянная, длина 1 м, внутренний диаметр 3 мм

Микрошприцы на 10 мкл МШ-10, ТУ 2.833.106

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 10391-79

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

Фильтродержатель.

## IV. Условия отбора проб

Воздух со скоростью 1 л/мин последовательно аспирируют 30 мин через помещенный в фильтродержатель бумажный фильтр "синяя лента".

## V. Условия анализа

Бумажный фильтр, содержащий аэрозоль из фильтродержателя помещают в коническую колбу и заливают 20 мл ацетона, экстрагируют дважды в течение 1 часа. Объединенный экстракт сливают в колбу для отгонки растворителя. Отгоняют растворитель под вакуумом до объема 0,2-0,3 мл при температуре бани 40°C. Досушат на воздухе. Остаток в колбе растворяют в 1 мл ацетона и хроматографируют ГХХ и ТСХ.

## У. Условия анализа

Бумажный фильтр, содержащий аэрозоль из фильтродержателя помещают в коническую колбу и заливают 20 мл ацетона, экстрагируют дважды в течение 1 часа. Объединенный экстракт сливают в колбу для отгонки растворителя. Отгоняют растворитель под вакуумом до объема 0,2-0,3 мл при температуре бани 40°C. Досушат на воздухе. Остаток в колбе растворяют в 1 мл ацетона и хроматографируют ГЖХ и ГСХ.

### Определение методом ГЖХ

Газохроматографическое определение сумм-альфа производится с детектором постоянной скорости рекомбинации (ДПС) при следующих условиях хроматографирования:

Носитель - Хроматон М-АВ (0,16-0,20 мм)

Неподвижная фаза - 5% SE-30

Колонка стеклянная 1 м x 3 мм, заполненная носителем на 0,5-0,6м

Скорость газа-носителя (азот) - 50 мл/мин

Шкала электрометра  $20 \cdot 10^{-12} \text{a}$

Температура колески 220°C

Температура испарителя 240°C

Температура детектора 240°C

Вводимый объем 3 мкл

Линейный диапазон детектирования 2-50 нг

Минимально детектируемое количество 1 нг

Время удерживания при указанных условиях 15 мин

Расчет концентрации препарата  $\text{X мкг/м}^3$  в воздухе проводят по формуле

$$X = \frac{G \cdot V_I \cdot S_{\text{пр}}}{S_{\text{ст}} \cdot V \cdot V_{20}}, \text{ где}$$

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

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

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

$V_I$  - 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 переносят на силикольную 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 2-3 раза смывают небольшими порциями ацетона, который также наносят в центр пятна. Справа и слева от пробн наносят стандартные растворы пестицида 3,5,10,15 мкг. Затем пластинку помещают в хроматографическую камеру, в которую налита 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. После этого пластинку обрабатывают раствором аммиака серебра и помещают под УФ-облучение на 20 минут. Препарат проявляется в виде пятна серо-черного цвета на белом фоне.  $R_f$  суми-альфа=0,4-0,05.

Количество препарата в пробе определяют сравнением окраски и площади пятен пробн ти стандартного раствора.

Концентрацию препарата X в воздухе в м./м<sup>3</sup> вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G}{V_{20}}, \text{ где}$$

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

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

#### УІ. Требования безопасности

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

УП. Разработчики: Гиренко Д.Б., Морару Л.Е., Климченко М.А.  
(ВНИИГИНТОКС, Киев).