

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАЩЕНИЯ СССР

Всесоюзный 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

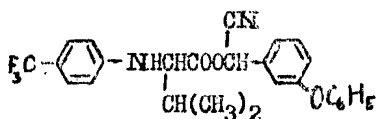
В.И.ЧИСУРАЕВ

" 8 " ИЮНЯ 1989 г.

№ 4965-89

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО
ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ
МАВРИКА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Маврик (флувалинат) — (R)-3-метил-2-(4-трифторметил-2-хлорофе-
нилламино)бутановой кислоты (RS)-3-фенокси- α -цианобензиловый
эфир.



М.м.503

Жидкость желтоватого цвета. Применяется против вредителей на вино-
градниках, овощных и плодовых культурах. Растворим в ацетоне,
хлороформе, ксилоле, практически не растворим в воде.

I. Характеристика метода

1. Определение основано на хроматографировании анализируемого
соединения методом газо-жидкостной хроматографии с детектором
постоянной скорости рекомбинации (ДПР) и в тонком слое силикагеля
с последующим обнаружением зон локализации препарата путем обра-
ботки раствором аммиака серебра.

2. Сбор проб производится с концентрированием (бумажный фильтр
"синяя лента.")

3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы:

10 нг (ГЖХ; 5 мкг (ТСХ).

4. Предел измерения в воздухе (при отборе 20 л - ТСХ;
10 л - ГЖХ) $0,25 \text{ мкг/м}^3$.
5. Диапазон измеряемых концентраций $0,25-5,0 \text{ мкг/м}^3$.
6. Определению не мешает наполнитель технического препарата.
7. Граница суммарной погрешности измерения: 18,7% (ГЖХ).
25% (ТСХ)
8. ОБУВ маврика $0,5 \text{ мкг/м}^3$

II. Реактивы, растворы, материалы

К методу ГЖХ

Азот газообразный, ГОСТ 9293-74

Воздух

Ацетон, ч., ГОСТ 2601-79

Носитель для колонки - 5% SE-30 на хроматоне NI-LW(\varnothing , 1,6-0,20 мм)

К методу ТСХ

Аммиак водный 25%, ГОСТ 3760-79

Ацетон, ч., ГОСТ 2601-78

Нитрат серебра, ГОСТ 1277-81

Сульфат натрия безводный, ГОСТ 4166-76

Пластинки "Силуфол" (Хемпол, ЧССР)

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

Основной стандартный раствор маврика содержащий 100 мкг/мл, готовится растворением в ацетоне 10 мг вещества в мерной колбе на 100 мл.

Хранят в холодильнике в течение 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 10 мл аммиака ($d = 0,9 \text{ г/см}^3$) и доводят объем до 100 мл ацетоном. Срок хранения в холодильнике 5-6 дней.

Ш. 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 ИР-I, ТУ 25-II-91776

Воронки химические ϕ 60 см, ГОСТ 8613-75

Микрошприц МШ-10, ТУ 2-833-106

Колонка стеклянная длина 1 м, внутренний диаметр 3 мм

Секундомер С-I-2а, ГОСТ 50-72-67

Колбы конические емк. 100 мл, ГОСТ 1770-74

Колбы грушевидные для отгонки растворителей, ГОСТ 10394-72

Пипетки мерные емк. 0,1; 1 и 10 мл, ГОСТ 1770-74

Цилиндры мерные 500, 100 мл, ГОСТ 1770-74

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 10391-79

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

Фильтродержатель

IV. Условия отбора проб

Воздух со скоростью 2 л/мин аспирируют через помещенный в фильтродержатель бумажный фильтр "синяя лента".

У. Условия анализа

Бумажный фильтр, содержащий аэрозоль из фильтродержателя помещают в коническую колбу и заливают 20 мл ацетона, экстрагируют дважды в течение 1 час. Объединенный экстракт сливают в колбу для отгонки растворителя. Отгоняют растворитель под вакуумом 0,2-0,3 мл при температуре бани 40°C. Досушка упаривают на воздухе.

Остаток в колбе растворяют в 1 мл ацетона и хроматографируют ГЖХ и ТСХ.

Определение методом ГЖХ

Газохроматографическое определение маврика производится с детектором постоянной рекомбинации (ДНР) при следующих условиях хроматографирования:

Носитель - хроматон N-AW(0,16-0,20 мм)

Неподвижная фаза - 5% SE-30

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

Скорость газа-носителя - 50 мл/мин

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

Температура колонки 220°C

Температура испарителя 240°C

Температура детектора 240°C

Вводимый объем 3 мкл.

Линейный диапазон детектирования 2-50 нг

Минимально детектируемое количество 5 нг

Время удерживания при указанных условиях 12,6 мин

Расчет концентрации препарата X мг/м³ в воздухе проводят по формуле

$$X = \frac{G \cdot V_1 \cdot S_{np}}{S_{ст} \cdot V \cdot V_{20}}, \text{ где}$$

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

$S_{ст}$ - площадь пика стандартного раствора, мм²

S_{np} - площадь пика препарата в исследуемой пробе, мм²

V_1 - 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 наносят 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 2-4 раза смывают небольшими порциями ацетона, который также наносит в центр пятна. Справа и слева от пробы наносят стандартные растворы пестицида 3,5,10,15 мкг. Затем пластинку помещают в хроматографическую камеру, в которую наливают 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.

Для обнаружения пестицида пластинку последовательно обрабатывают: 1) 1% водным раствором иода; 2) нагревают в шкафу при 100° в течение 10 мин; 3) опрыскивают раствором аммиака серебра; 4) помещают под УФ-облучение на 20 мин. Препарат проявляется в виде пятна серо-черного цвета $R_f = 0,5 \pm 0,05$

Количество препарата в пробе определяют сравнением окраски и площади пятен пробы с и стандартного раствора.

Концентрацию препарата X в воздухе в мг/м³ вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G}{V_{20}}, \text{ где}$$

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

V₂₀ - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

VI Требования безопасности

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

VII. Методика разработана

Гиренко Ц.Б., Морару Л.Е. (Киев, ВНИИГИНТОКС).