

**Министерство сельского хозяйства
Российской Федерации**

**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**

**Сборник № 21
Часть 2-ая**

**МОСКВА
ЦЕНТР НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ИНФОРМАЦИИ,
ПРОПАГАНДЫ И РЕКЛАМЫ
1994 г.**

**Министерство сельского хозяйства
Российской Федерации**

**Государственная комиссия
по химическим средствам борьбы
с вредителями, болезнями растений и сорняками**

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

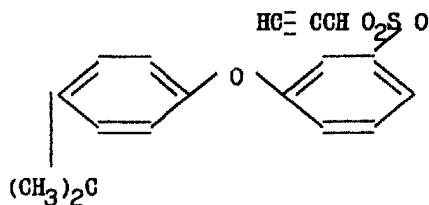
**ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В
ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ**

**Сборник № 21
Часть 2-ая**

**МОСКВА
ЦЕНТР НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ИНФОРМАЦИИ,
ПРОПАГАНДЫ И РЕКЛАМЫ
1994 г.**

Утверждено Министерством
здравоохранения СССР
" 29 " июля 1991 г
№ 6261-91

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ
ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ ОМАЙТА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



М.м. 350,5

Омайт -акарицид для борьбы с растительноядными клещами на плодовых культурах и хлопчатнике.

Действующее начало препарата-2-(4-tert-бутил-фенокси)циклогексилпроп-паргилсульфит. В чистом виде вязкая бесцветная жидкость с Т кип. 90°C при 1,3 Па (0,01 мм рт.ст.). Упругость паров при 25°C $4,49 \cdot 10^{-8}$ мм рт.ст. Практически нерастворим в воде (менее 1 мг/л). Хорошо растворяется в большинстве органических растворителей. Стабилен в кислой среде при pH 5-8. В щелочной, при pH 9 - период полураспада два дня.

В воздухе рабочей зоны может находиться только в виде аэрозоля.

Омайт-малотоксичен. ЛД₅₀ для крыс и мышей 1800-200 мг/кг. Сконцентрированные растворы раздражают слизистые.

ОБУВ омайта в воздухе рабочей зоны 0,3 мг/м³.

Характеристика метода

Метод основан на использовании газожидкостной хроматографии с применением детектора по захвату электронов.

Отбор проб с концентрированием на стеклянном пористом фильтре. Нижний предел измерения 5 нг в хроматографируемом объеме пробы.

Разработчики: Ф. Р. Мельцер, К. Ф. Новикова, ВНИИХСЭР, г. Москва

Нижний предел измерения в воздухе в воздухе $0,15 \text{ мг/м}^3$ при отборе 100 л воздуха

Диапазон измеряемых концентраций $0,15-4,50 \text{ мг/м}^3$

Измерению не мешают другие пестициды.

Суммарная погрешность не превышает $\pm 20\%$.

Время выполнения измерения, включая отбор проб около 40 мин.

Приборы, аппаратура и посуда

Газожидкостной хроматограф Цвет-500М с детектором по захвату электронов или аналогичный прибор.

Хроматографическая стеклянная колонка длиной 100 см, внутренним диаметром 3 мм.

Аспирационное устройство.

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

Мерные колбы, ГОСТ 1770-74, вместимостью 100 мл.

Грушевидные колбы, ГОСТ 25336-82, вместимостью 100 мл.

Градуированные пробирки с пробками на шлифах, ГОСТ 1770-74, вместимостью 10 мл.

Пипетки, ГОСТ 20292-74, на 10 и 1 мл.

Стеклянные пористые фильтры, ГОСТ 25336-82, пор 160.

Реактивы, растворы, материалы

Ацетон, ГОСТ 2603-79, осч.

Гексан, ТУ 6-09-3375-78, дч., свежеперегнанный.

Твердый носитель хроматон N-AW-DMCS(0,16-0,20 мм).

Жидкая фаза OV-17.

Азот особой чистоты по ГОСТ 9293-74 из баллона с редуктором.

Омайт с содержанием действующего вещества не менее 95%.

Стандартные растворы омайта в гексане с содержанием 100 мкг/мл (раствор № 2).

Стандартный раствор № 1 готовят взятием точной навески (10 мг) и рас-

творением омайта в мерной колбе вместимостью 100 мл. Для приготовления стандартного раствора № 2 в мерную колбу вместимостью 100 мл пипеткой переносят 10 мл из раствора №1 и содержимое колбы доводят до метки гексаном. Стандартные растворы №1 и 2 стабильны при хранении в холодильнике в течение 6 месяцев в условиях исключения испарения растворителя.

Отбор проб воздуха

Воздух с объемным расходом 10 л/мин аспирируют через стеклянный пористый фильтр. Для измерения 0,5 ОБУВ следует отобрать 100 л воздуха. Фильтры с отобранными пробами можно хранить не более трех дней.

Подготовка к измерению

Для приготовления насадки колонки используют готовый товарный носитель на хроматоне N-AW-DMCS с 5% OV-17.

Хроматографическую колонку заполняют готовым товарным носителем с подсоединением слабого вакуума. Достаточная плотность набивки обеспечивается равномерной загрузкой и непрерывным постукиванием по колонке. Колонку кондиционируют при скорости азота 75 мл/мин сначала в режиме программирования температуры от 50 до 250°C со скоростью нагрева 2°C/мин, а затем в изотермическом режиме при 250°C в течение 6-8 час без подсоединения колонки к детектору.

Общую подготовку прибора к работе проводят согласно инструкции. Градуировочные растворы с содержанием омайта от 2,5 мкг/мл до 100 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора №2 гексаном в градуированных пробирках с пробками на шлифах, вместимостью 10 мл. Градуированные растворы готовят согласно таблице 1.

Таблица 1

Номер стан-дарты	1 1 1 1	1 1 1 1	1 1 1 1	1 1 1 1	1 1 1 1
	Стандартный раствор №2, мл	Добавлено гексана, мл	омайта полу-ченного рас-твора, мл	Концентрация омайта в хромо-графуемой пробе, нг	Концентрация омайта в хромо-графуемой пробе, нг
	110 мкг/мл №1	1	1	1	1
	100мкг/мл1	1	1	1	1
1.	2,5	-	7,5	2,5	5
2	-	1	9,0	10	10
3	-	2,5	7,5	25	50
4	-	5,0	5,0	50	100
5	-	7,5	2,5	75	150
6	-	10	0	100	200

Градуировочные растворы готовят при построении градуировочного графика. Их хранят не более пяти дней.

Последовательно вводят через самоуплотняющуюся мембрану по 2 мкл каждого градуировочного раствора в пяти повторностях. Строят график зависимости высоты пика в мм от концентрации в нг.

Условия хроматографирования градуировочных растворов и анализируемых проб:

Температура термостата колонки	220°C
Температура испарителя	250°C
Температура термостата детектора	310°C
Скорость потока газа-носителя	55 мл/мин
Скорость движения диаграммной ленты	200 мм/час
Рабочая шкала электрометра	$3,2 \cdot 10^{-11}$ А
Время удерживания омайта	4 мин 55 с
Линейный диапазон детектирования	5-200 нг
Проведение измерения	

Пористый фильтр помещают в грушевидную колбочку вместимостью 100 мл и смывают омайт с фильтра с помощью ацетона (10 мл х 3). Из колбочки с помощью ротационного вакуумного испарителя полностью отгоняют растворитель. К сухому остатку пипеткой добавляют 6 мл гексана. Колбочку закрывают пробкой на шпильке и ее стенки тщательно обмывают растворителем. В хроматограф через самоуплотняющуюся мембрану вводят 2 мкл полученного раствора в двух-трех повторностях.

Количественное определение содержания омайта в хроматографируемой пробе находят методом абсолютной калибровки по высоте пика.

Расчет концентрации

Концентрацию омайта (С) в мг/м³ вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \cdot b}{d \cdot V_{20}} \text{ мг/м}^3, \text{ где}$$

a - количество вещества, найденное в хроматографируемом объеме пробы, нг;

b - общий объем поглотительного раствора, мл;

d - объем поглотительного раствора, взятого для анализа, мкл;

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

Требования безопасности

Соблюдать все необходимые требования безопасности при работе в химических лабораториях, а также правила устройства, техники безопасности, производственной санитарии, противэпидемического режима и личной гигиены при работе в лабораториях (отделениях, отделах) санитарно-эпидемических учреждений Системы МЗ СССР № 2455-81 от 20.10.81.