

**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**

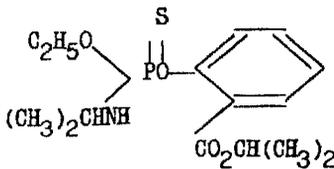
**Сборник № 21  
Часть 2-ая**

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

Утверждено Министерством  
здравоохранения СССР  
" 29 " июля 1991 г.  
№ 6087-91

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ  
ОФТАНОЛА-Т (ПО ИЗОФЕНФОСУ) В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Офтанол-Т - смесевой препарат: изофенфос с добавкой 10% ТМГД



$C_{15}H_{24}NO_4PS$

М.м. 345,4

Изофенфос (амаз, офтанол) - бесцветное масло, не перегоняющееся в вакууме без разложения. Давление паров при 20°C  $4 \cdot 10^{-5}$  мм рт.ст. Растворимость в воде 23,8 г/л, в циклогексане, метиленхлориде ~ 60%. В щелочной среде гидролизуется.

LD<sub>50</sub> для крыс 28-38,7 мг/кг, для мышей 91,3-127 мг/кг.

Токсичен для пчел. Офтанол-Т выпускается в виде 40% смачивающегося порошка. Агрегатное состояние в воздухе при применении - аэрозоль.

ПДК офтанола -Т в воздухе рабочей зоны еще не установлена

#### 1. Характеристика метода

Определение основано на газожидкостной хроматографии с применением термоионного детектора.

Отбор проб производится с концентрированием (фильтры "синяя лента", полиуретановая прокладка, полисорб в "патроне")

---

Разработчик: М.В.Письменная, ВНИИГИНТОКС, г.Киев

Предел обнаружения в анализируемом объеме пробы 0,2 нг.

Предел измерения в воздухе - 0,0015 мг/м<sup>3</sup> (при отборе 150 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций 0,0015-1 мг/м<sup>3</sup>.

Определению не мешают ТМГД, фосфамид, хлорофос, релдан, метилнитрофос и др. (Относительное время удерживания по метафосу 2,5).

Граница суммарной погрешности измерения  $\pm 15,9 \%$

## 2. Реактивы, растворы и материалы

Изофенфос, хч.

Ацетон, хч., ГОСТ 2603-79.

Стандартная фаза 5% SE-30 на хроматоне N-AW-HMDS.

Азот в баллоне, ГОСТ 9293-74.

Водород в баллоне, ГОСТ 3022-80, или получаемый из генератора водорода

Воздух из баллона, ГОСТ 9010-80, или нагнетаемый компрессором.

Фильтры беззольные "синяя лента".

Пенополиуретановая прокладка, ТУ 6-09-2827-77, (толщина 2 см) вырезанная по размеру фильтродержателя (d=8 см), промытая предварительно в ацетоне тремя порциями растворителя и просушенная при комнатной температуре.

Полисорб С-60/100, ТУ 6-05-211-1313-86, предварительно промытый ацетоном, либо "Тенекс".

Стандартный раствор №1 изофенфоса, содержащий 100 мкг/мл вещества, готовят растворением 10 мг препарата в мерной колбе в 100 мл ацетона.

Стандартные растворы №2,3,4 содержащие соответственно 10;1;0,5 мкг/мл изофенфоса, готовят растворением раствора №1.

## 3. Приборы и посуда

Газовый хроматограф с термоионным детектором.

Хроматографическая колонка стеклянная, длина 1 м, внутренний диаметр 3 мм.

Аспирационное устройство для отбора воздуха, ТУ 64-1-862-77.

Весы аналитические ВЛА-200 ГМ, 2 кл, ГОСТ 19491-74.

Фильтродержатели.

Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М, ТУ 25-11-917-76, с набором колб для отгонки емкостью 50, 100 мл.

Пипетки, ГОСТ 1770-74, на 0,1-5 мл.

Секундомер.

Микрошприц емкостью 10 мкл, МШ-10, ТУ 5Е 2.833,024.

#### 4. Условия отбора проб воздуха

Воздух с объемным расходом 5 л/мин аспирируют через фильтр "синяя лента" и пенополиуретановую прокладку, вложенные последовательно в один фильтродержатель либо через фильтр "синяя лента", вложенный в фильтродержатель и последовательно соединенную с ним гофрированную трубку, заполненную полисорбом (либо теноксом). Максимальное время отбора 30 мин. Срок хранения проб не более 3-х суток.

#### 5. Условия анализа

Фильтр вынимают из фильтродержателя, измельчают ножницами на кусочки размером  $\sim 1 \text{ см}^2$ , помещают в стакан и заливают 10 мл ацетона. Оставляют на 15 мин периодически встряхивая сливают ацетон в колбу для отгонки растворителей. Затем экстрагируют офтанол-Т из фильтра новой порцией ацетона. Объединяют ацетоновые экстракты. Пенополиуретановую прокладку переносят в стакан и заливают 25 мл ацетона, оставляют на 15 мин. Сливают растворитель, отжимая прокладку стеклянной палочкой, и объединяют его с экстрактом, полученным при извлечении из фильтра. Пенополиуретановую прокладку промывают новой порцией (15 мл) ацетона и объединяют ее с экстрактом.

Концентрируют полученный экстракт до  $\sim 0,5 \text{ мл}$  на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не более  $45^\circ$ . Переносят экстракт в мерную пробирку, ополаскивая колбу ацетоном. Доводят экстракт в мерную про-

бирку, ополаскивая колбу ацетоном. Доводят экстракт в пробирке до 2 мл ацетоном и анализируют методом ГЖХ.

Если вместо пенополиуретановой прокладки отбор пробы воздуха проводили на полисорб (тенекс), то для извлечения пестицида к гофрированной трубке с сорбентом присоединяют на стык небольшую воронку и промывают сорбент 50 мл ацетона. Воронку следует присоединить к тому концу трубки, который был соединен с аспиратором. Ацетоновый экстракт объединяют с экстрактом, полученным при извлечении пестицида из фильтра, концентрируют как описано выше и анализируют методом ГЖХ.

#### Анализ методом ГЖХ

Детектор термсионный

Длина колонки 1 м

Внутренний диаметр колонки - 3 мм

Неподвижная фаза - 5% SE-30 на хроматоне N-AW-DMCS

Температура колонки - 190°C

Температура испарителя - 260°C

Газ-носитель-азот

Скорость газа-носителя-22 мл/мин

Скорость потока водорода 14 - 17 мл/мин

Скорость потока воздуха 400 мл/мин

Рабочая шкала электрометра  $2 \cdot 10^{-10}$  а

Скорость диаграммной ленты 240 мм/час

Объем вводимой пробы 3-5 мкл

Время удерживания изофенфоса 4,8 мин

Время удерживания относительно метафоса 2,5

Линейный диапазон определения 0,2-2,5 нг

Количественное определение проводят методом соотношения со стандартом по высоте хроматографического пика. Концентрацию пестицида (по изофенфосу) в воздухе рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{C_{\text{ст}} \cdot V_{\text{ст}} \cdot H_{\text{пр}} \cdot V_{\text{пр}}}{H_{\text{ст}} \cdot V_{\text{а}} \cdot V} \quad \text{мг/м}^3, \text{ где}$$

$C_{\text{ст}}$  - концентрация пестицида в стандартном растворе, вводимом в хроматограф, мкг/мл;

$V_{\text{ст}}$  - объем стандартного раствора, введенного в хроматограф, мкл;

$H_{\text{ст}}$  - высота пика стандартного раствора, введенного в хроматограф, мм;

$H_{\text{пр}}$  - высота пика исследуемого раствора, мм;

$V_{\text{а}}$  - объем экстракта, введенного в хроматограф, мкл;

$V_{\text{пр}}$  - конечный объем анализируемого экстракта, мл;

$V$  - объем отобранного воздуха, приведенный к нормальным условиям, л.

### 3. Требования безопасности

Соблюдать все необходимые требования при работе в химических лабораториях с органическими растворителями и токсическими веществами.