

**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**

ч. 16, р. II

**Данные методики апробированы и рекомендованы  
в качестве официальных Группой экспертов при Госкомиссии,  
болезнями растений и сорняками**

Москва — 1987 г.

## "УТВЕРЖДАЮ"

Заместитель Главного Государственного  
санитарного врача СССР

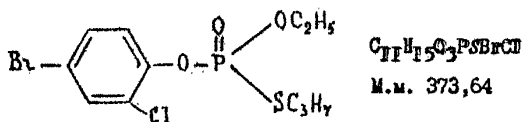
А.И.Зайченко

"31" июля 1984г.

№ 3069

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ  
СЕЛЕКРОНА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

I. Краткая характеристика препарата



Селекрон (профенофос), действующее начало - О-(4-бром-2-хлор-фенил)-S-пропил-О-этилтиофосфат - жидкость светло-желтого цвета с плотностью 1,455 г/см<sup>3</sup> при 20°C, точка кипения 110°C (при 0,001 мм рт. ст.), давление паров при 20°C 10<sup>-5</sup> мм рт.ст. Селекрон растворим в большинстве органических растворителей (метанол, метилен хлористый, бензол, хлороформ, ацетон, гексан), растворимость в воде составляет 20 мг/л. При применении может находиться в воздухе в виде аэрозоля.

Величина ОКВВ I мг/м<sup>3</sup>.

## 2. Методика определения селекрона в воздухе рабочей зоны

### 2.1. Основные положения

#### 2.1.1. Принцип метода

Определение основано на использовании газоожидкостной хроматографии при работе на приборе с термоионным детектором. Отбор проб проводится с концентрированием (фильтры "синяя лента").

#### 2.1.2. Метрологическая характеристика

Предел измерения в хроматографируемом объеме пробы (Эмкл) - 0,001 мкг. Предел измерения в воздухе 0,016 мг/м<sup>3</sup> (при отборе 20 л воздуха). Диапазон измеряемых концентраций 0,016 мг/м<sup>3</sup> - 1,655 мг/м<sup>3</sup>. Граница суммарной погрешности измерения ±19,6%.

#### 2.1.3. Избирательность метода

Определению не мешают большинство фосфорорганических соединений (хлорофос, гетерофос, карбофос, рогор, метафос). Определению мешает близкий по строению этафос.

## 2.2. Реактивы, растворы, материалы

Селекрон, х.ч.

Хлороформ, х.ч. ГОСТ 215-74

Ацетон, ч.д.а. ГОСТ 2603-79

Натрий сернистый безводный, ч.д.а. ГОСТ 4166-76

Хроматон N-AV силанизированный ГМДС с 5% ХБ-60 (0,20 - 0,25 мм)

Газ-хром Q с 3% ОУ-225 (0,15-0,18 мм)

Бумажные фильтры беззольные "синяя лента" ТУ 6-09-1678-77

Азот газообразный в баллонах с редуктором

Водород

Воздух

Стандартные растворы селекрона в ацетоне с содержанием 100, 10 мкг/мл, готовят из х.ч. вещества.

### 2.3. Приборы и посуда

Хроматограф "Цвет-106" или аналогичный прибор, снабженный термомонным детектором

Аспирационное устройство ТУ 64-1-862-77

Фильтродержатели

Испаритель ротационный с набором колб ИР-1М, ТУ 25-11-917-76

Колбы мерные на 25, 100 мл, ГОСТ 1770-74

Колбы круглодонные на 100 мл, ГОСТ 10394-72

Стаканы химические на 100 мл, ГОСТ 10394-72

Пипетки на 0,1; 1; 5; 10 мл с делениями, ГОСТ 20292-74

Воронки химические, ГОСТ 8613-75

Стеклоянная хроматографическая колонка 1000x3 мм

Микрошприцы МШ-10 с ценой деления 0,2 мкл. ТУ 2-833-105

### 2.4. Отбор проб

Воздух со скоростью 5 л/мин протягивают через фильтр "синяя лента". Для определения 1/2 ОБУВ необходимо отобрать 10 л воздуха.

### 2.5. Проведение определения

#### 2.5.1. Подготовка проб к анализу

Фильтры переносят в коническую колбу и экстрагируют трижды по 20 мл хлороформа или ацетона периодически встряхивая. Объединенные экстракты фильтруют через воронку с безводным сульфатом натрия и упаривают досуха на ротационном испарителе при температуре бань 35-45 °С. Сухой остаток растворяют в 10 мл ацетона и хроматографируют аликвоту (2 мкл).

## 2.5.2. Условия газохроматографического анализа

Детектор термоионный	
Колонка стеклянная	1000x3 мм
Твердый носитель	газ-хром ; хроматон М-АВ
Жидкая фаза	3% ОУ-225; 5% ХЕ-60
Температура колонки	190°C
Температура испарителя	230°C
Газ-носитель	азот
Скорость потока газа-носителя	
на выходе из колонки	40 мл/мин
Скорость потока водорода	30 мл/мин
Скорость потока воздуха	500 мл/мин
Скорость диаграммной ленты	240 мл/мин
Рабочая шкала электрометра	$50 \times 10^{-12}$ а
Объем вводимой пробы	3 мкл
Линейность детектирования	1-100 нг
Время удерживания	4 мин 56 сек. (ХЕ-60)
	7 мин 47 сек (ОУ-225)

## 2.5.3. Обработка результатов анализа

Количество селекрона в пробе определяют методом соотношения со стандартами по площади пика.

Концентрацию селекрона (X) в воздухе в мг/м<sup>3</sup> рассчитывают по формуле;

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

где

G - количество селекрона в стандартном растворе, введенном в хроматограф, нг;

S<sub>np</sub> - площадь пика препарата в пробе, мм<sup>2</sup>;

S<sub>ст.</sub> - площадь пика препарата в стандартном растворе, введенном в хроматограф, мм<sup>2</sup>;

V<sub>1</sub> - общий объем пробы, мл;

V - объем пробы, взятый для хроматографирования, мкл;

V<sub>20</sub> - объем воздуха, взятый для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

### 3. Требования безопасности

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

### 4. Разработчики

Бунятян Ю.А., Петросян М.С.  
(Филиал ВНИИГИНТОКС , г. Ереван)