Утверждено
Министерством здравоохранения СССР
29 июля 1991 г. N 6233-91

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ХИЗАЛОФОП-ЭТИЛА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИЕЙ

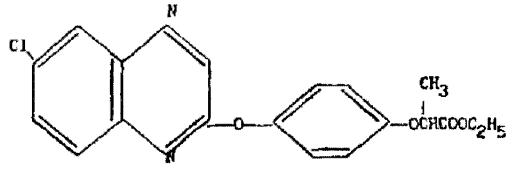
Редакционная коллегия:
Калинин В.А. - к.с.н., профессор, зав. кафедры ТСХА; Пушкина Г.П. - к.б.н.
Российский институт лекарственных культур: Борисов Г.С. - зав. КТЛ РРСТАЗР: Федорова Н.Е. - к.х.н., МНИИГ им. Эрисмана.

Настоящие методические указания предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и научно-исследовательских учреждений Минздрава РФ, а также ветеринарных, агрохимических, контрольно-токсикологических лабораторий Минсельхозпрода РФ и лабораторий других ведомств, занимающихся определением остаточных количеств пестицидов, регуляторов роста растений и биопрепаратов в продуктах питания, кормах и внешней среде.

Методические указания апробированы и рекомендованы в качестве официальных Группой экспертов при Госхимкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками.

1. КРАТКАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА ПРЕПАРАТА

Структурная формула:



$C_{19}H_{17}ClN_2O_4$

М.м.: 372,81.

Химическое название: этил-2-[4-(6-хлорквинаксолин-2-илокси)-фенокси] пропионат.

Торговое название: Тарга, ф. Ниссан Кемикал, Япония.

Белое кристаллическое вещество, Т. пл. 91 °С, Т. кип. 220 °С (0,2 мм рт. ст.). Давление пара при $20\ °C = 3 \cdot 10^{-7}$ мм рт. ст. Растворимость (г/л) при 20 °С: ацетон - 11, ацетонитрил - 86, бензол - 290, хлороформ - 600, ДМФ - 260, ДМСО - 110, гексан - 2,6, вода - $3 \cdot 10^{-4}$.

Коэффициент распределения (октанол/вода) - $1{,}9 \cdot 10^{-4}$. $ЛД_{50}$ перорально для крыс 1480 - 1680 мг/кг.

Тарга (10% э.к.) - избирательный гербицид, разработанный фирмой "Ниссан Кемикал". Применяется в дозах 1 - 3 л/га для борьбы с многолетними и однолетними злаковыми сорняками в посевах сахарной свеклы, льна-долгунца, моркови, сои.

2. МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХИЗАЛОФОП-ЭТИЛА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИЕЙ

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Определение основано на хроматографическом определении препарата методом ГЖХ после его концентрирования из воздуха.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода

gost.e-ecolog.ru

Предел измерения в анализируемом объеме методом ГЖХ - 0,5 мкг. Предел измерения в воздухе - 0.5 мкг (ГЖХ) при отборе 100 л воздуха. Диапазон измеряемых концентраций 0,05 - 0,5 мг/м3. Граница суммарной погрешности измерения: +/- 18,6%.

2.1.3. Избирательность метода

Определению не мешают наполнители технического препарата.

2.2. Реактивы, растворы, материалы

Ацетон, ч.д.а., ТУ 6-09-3313-86.

Гексан, х.ч., ТУ 6-09-3375-78.

Натрия сульфат безводный, ч.д.а., ГОСТ 4166-76.

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

Хизалофоп-этил, ан. стандарт, фирма Ниссан.

Стандартный раствор хизалофоп-этила, содержащий 100 мкг/мл вещества: растворяют 10 мг препарата в мерной колбе с притертой пробкой в 100 мл ацетона. Хранят в холодильнике не более 2-х месяцев.

Носитель для колонки - Хроматон N-AW с 5% SE-30.

Азот особой чистоты, ГОСТ 9293-74.

2.3. Приборы и посуда

Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-77.

Фильтродержатели.

Ротационный испаритель ИР-1М, ТУ 25-11-917-77.

Колбы конические на шлифе емкостью 100 мл, ГОСТ 1770-74.

Воронки химические, ГОСТ 1770-74.

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74.

Колбы грушевидные, ГОСТ 23932-79.

Пипетки на 0,1 мл, 1 мл, ГОСТ 1770-74.

Водяная баня, ТУ 64-1-425-72.

Хроматограф с детектором постоянной скорости рекомбинации электронов (типа Цвет, Газохром или др. марки).

Микрошприц на 10 мкл, ТУ 283-3-106.

Колонка хроматографическая, стеклянная, длина 1 м, внутр. диаметр 3 мм.

2.4. Подготовка к определению

2.4.1. Условия отбора проб воздуха

Исследуемый воздух со скоростью 5 л/мин аспирируют через помещенный в фильтродержатель бумажный фильтр "синяя лента" в течение 20 мин. Рекомендуется отбирать 3 параллельные пробы. Пробы хранить не более 5-ти суток.

2.5. Проведение определения

2.5.1. Экстракция

Бумажный фильтр, содержащий аэрозоль, переносят из фильтродержателя в коническую колбу и заливают 15 мл гексана. Пестицид экстрагируют в течение 1 часа. Экстракцию повторяют дважды. Объединенный экстракт сушат безводным сульфатом натрия (5 - 7 г) и сливают в колбу для отгонки растворителя. Растворитель отгоняют под вакуумом до объема 0,2 - 0,3 мл при температуре не выше 30 °С. Далее высушивают досуха в токе воздуха.

Сухой остаток растворяют 1 мл гексана и хроматографируют.

2.5.2. Условия хроматографирования

Длина колонки - 1 м.

Диаметр колонки - 3 мм.

Твердый носитель - Хроматон N-AW.

Жидкая фаза - 5% SE-30.

Температура колонки - 220 °С.

Температура испарителя - 240 °С.
Температура детектора - 250 °С.
Газ-носитель - азот.
Скорость потока газа-носителя - 60 мл/мин.
Скорость диаграммной ленты - 240 мм/ч.
Объем вводимой пробы - 4 мкл.
Время удерживания - 7 мин 8 с.

Для дополнительной идентификации проводится хроматографирование при регистрации на термоионном детекторе (жидкая фаза - 5% SE-30, колонка - 1 м, t кол. = 210 °С, t исп. = 250 °С, скорость протяжки диаграммной ленты - 240 мм/ч, время удерживания - 12 мин 3 с).

Количественное определение проводят методом абсолютной калибровки. Для этого до и после анализа проб вводят в хроматограф по 4 мкл стандартного раствора, измеряют высоту пиков и вычисляют среднее арифметическое из 3 определений. Если при введении в хроматограф аликвотной части (4 мкл) конечного экстракта получают большие пики, или происходит "зашкаливание", что свидетельствует о наличии большого количества анализируемого вещества, то готовят более разбавленные растворы, добавляя в конечный раствор пипеткой дополнительное замеренное количество растворителя.

Концентрацию препарата (X) в мг/л воздуха вычисляют по формуле:

$$X = \frac{C_{ст} \cdot V_{ст} \cdot h_{пр} \cdot V_{общ}}{V_{пр} \cdot h_{ст}},$$

где $C_{ст}$ - концентрация препарата в стандартном растворе, введенном в хроматограф, мкг;

$V_{ст}$ - объем пробы стандарта, введенной в хроматограф, мкл;

$h_{пр}$ - высота пика при хроматографировании пробы, мм;

$V_{общ}$ - общий объем пробы, мл;

$V_{пр}$ - объем пробы, введенный в хроматограф, мкл;

$h_{ст}$ - высота пика при хроматографировании стандарта, мм.

3. ТРЕБОВАНИЯ ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ

Выполняются все требования в соответствии с "Правилами устройства, техники безопасности, производственной санитарии, противоэпидемического режима и личной гигиены при работе в лабораториях (отделениях, отделах) санэпидучреждений системы МЗ СССР" N 2455-81 от 20.10.81.

Разработчики: Кузнецова Е.М., Гиренко Д.Б. (УкрНИИГИНТОКС, г. Киев).

gost.e-ecolog.ru