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

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

gost.e-ecolog.ru

УТВЕРЖДЕНО

МИНИСТЕРСТВОМ ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

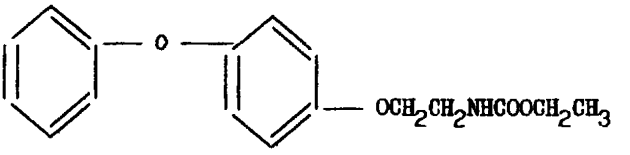
" 29" июля 1991г.

№ 6176-91

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ФЕНОКСИКАРБА (ИНСЕГАРА) В РАСТИТЕЛЬНОМ МАТЕРИАЛЕ, ВОДЕ И ПОЧВЕ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ

1.Краткая характеристика препарата

Инсегар - этил -2-(4-феноксифенокси) этилкарбамат.



М.м. 301,3

$C_{17}H_{19}NO_4$

Феноксикарб (инсегар) - кристаллическое вещество, пл.Тпл 53-54°С. Растворим в большинстве органических растворителей, в гексане 5 г/л, в воде при 20°С 6 ppm. Не гидролизуется в водном растворе при pH 3,7 и 9 при 35°С.

Давление пара при 25°С - $1,7.10^{-5}$Па ($1,3.10^{-7}$мм рт.ст.)

2. Методика определения феноксикарба в растительном материале,воде и почве методом газожидкостной хроматографии

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Метод основан на извлечении феноксикарба из исследуемого объекта ацетоном или хлороформом и последующим определением методом реакционной газожидкостной хроматографии в виде ацильного производного.

Разработчики: Мурашко С.В., Щербакова И.П., ВНИИГИНТОКС, Киев

2.1.2. Метрологическая характеристика метода

Нижний предел определения ГЖХ- 0,1нг., ТСХ- 0,3мкг.

Исследуемый объект	Предел обнаружения мг/кг		Среднее значение опреде-я	Стандартное отклонение, %	Доверит-й интервал сред-го %
	ГЖХ	ТСХ			
Растительный материал	0,005	0,01	89,2	4,5	± 4,49
Почва	0,001	0,006	90;3	4,99	± 4,95
Вода	0,001	0,001	90,5	4,5	± 7,51

2.1.3. Условия концентрации,очистки и последующего газохроматографического определения феноксикарба позволяют избирательно определять препарат в присутствии ФОС, пиретроидов.

2.2. Реактивы и материалы

Ацетон, ос.ч.ТУ- 3513-86.

Хлороформ, хч., ГОСТ 20015-74.

Бензол, хч., ГОСТ 5955-81.

Трифторуксусный ангидрид, ТУ 6-09-4135-75.

Пиридин, ч., ГОСТ 13647-78.

Сульфат натрия, безводный, ч., ГОСТ 4166-76.

Азот в баллоне, особой чистоты, ГОСТ 9293-74.

Неподвижная фаза 5% S E-30 на хроматоне N-AW-ДМС S.

О-Толидин, ТУ 6-09-2232-75,1%-ный раствор в ацетоне.

Уголь активированный, марки ОУ-"А".

Уксусная кислота, чда, ледяная, ГОСТ 61-75.

Калий марганцовокислый, чда, ГОСТ 20490-75.

Кислота соляная, хч, ГОСТ 4232-74.

Проявляющий реактив: 1% раствор о толидина в ацетоне.

Основной стандартный раствор (ОСР) феноксикарба с концентрацией 100 мкг/мл готовят взятием навески 10 мг (0,0100 г) х.ч. и растворением в ацетоне в мерной колбе емкостью 100 мл. Хранить в холодильнике в течение 2-х месяцев.

Рабочие стандартные растворы с содержанием 10 мкг/мл, 1 мкг/мл, 0,5 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением ОСР ацетоном.

Хранить в холодильнике в течение 2-х месяцев.

2.3. Приборы, аппаратура и посуда

Газовый хроматограф серии "Цвет" с ДПР.

Колонки стеклянные длиной 1 м,диаметр 3,5 мм.

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

Колбы грушевидные,ГОСТ 25336-82,емкостью 500,250,100,50 мл.

Колбы мерные,ГОСТ 1770-74,емкостью 50,100 мл.

Пробирки мерные на шлифах,ГОСТ 1770-74,вместимостью 5 и 10 мл.

Аппарат для встряхивания,ТУ 25-11-917-79.

Колба Бунзена,ГОСТ 25336-82.

Воронка Бюхнера,ГОСТ 9147-80.

Делительная воронка,ГОСТ 25336-82,емкостью 500 мл.

Колбы конические,ГОСТ 25336-82,емкостью 500 мл.

Пипетки,ГОСТ 20292-74,на 0,1;0,2;1;5;10 мл.

Микрошприц на 10 мкл,МШ-10,ТУ SE-2833.024.

Секундомер СД Спр.1.2000,ГОСТ 5072-79.

2.4.Подготовка к определению

2.4.1.Отбор проб

Отбор,хранение и доставка проб производится в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции,пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколи-

честв пестицидов",утвержденных Минздравом СССР № 2057-79 от 21.08.79.

2.4.2.Подготовка колонки для ГЖХ

Колонку заполняют стандартной фазой (5% SE-30 на хроматоне N-AW-ДМСS),подключив ее к вакууму водоструйного насоса.Заполненную колонку кондиционируют в термостате колонок в течение 6 часов без подключения к детектору,продувая азотом (≈ 60 мл/мин) и постепенно поднимая температуру от 100^0С до 250^0С.Затем колонку присоединяют к детектору.

2.4.3.Приготовление камеры для хроматографирования

На дно эксикатора помещают чашку Петри с 3-5 г $KMnO_4$ и добавляют туда 8-10 мл концентрированной HCl.Через 3-4 мин камера готова для проведения хлорирования.

2.5.Описание определения

2.5.1.Экстракция,очистка и получение ацильного производного феноксикарба

Почва.I.50 г анализируемой пробы помещают в плоскодонную колбу емкостью 500 мл,заливают 100 мл ацетона и 5-10 мл воды.Смесь перемешивают на аппарате для встряхивания в течение 1 час,фильтруют на воронке Бюхнера с фильтром "синяя лента".Фильтрат сушат безводным сульфатом натрия и упаривают в вакууме водоструйного насоса досуха.К сухому остатку прибавляют 2 мл смеси ацетон:бензол (3:1) и 0,1 г угля марки ОУ-"А",встряхивают в течение 3-5 мин.Фильтрат упаривают в вакууме водоструйного насоса при температуре водяной бани-50^0С досуха. К сухому остатку прибавляют 100 мкл трифторуксусного ангидрида,20 мкл пиридина.Выдерживают реакционную смесь в течение ~ 40 мин,затем к ней прибавляют 1 мл бензола и 5 мл дистиллированной воды,встряхивают в течении ~ 2-х мин.После разделения фаз проводят хроматографический анализ бензольного верхнего слоя.

II.50 г анализируемой пробы помещают в плоскодонную колбу емкостью 500 мл,заливают 100 мл хлороформа и 15-20 мл воды.Смесь перемешивают на аппарате для встряхивания в течение ~ 1 час.,после чего фильтруют на воронке Бюхнера.Фильтрат разделяют в делительной воронке. Нижний слой хлороформа сушат безводным сульфатом натрия и упаривают в вакууме водоструйного насоса досуха при температуре бани 60°С.Дальше как 1 вариант.

Растительный материал.Вариант I,25 г измельченных плодов помещают в плоскодонную колбу емкостью 500 мл,заливают 100 мл ацетона и 10 мл воды.Смесь перемешивают на аппарате для встряхивания в течение 1 часа, затем фильтруют на воронке Бюхнера с бумажным фильтром "синяя лента". Фильтрат сушат безводным сульфатом натрия и затем упаривают в вакууме водоструйного насоса досуха.К сухому остатку прибавляют 2 мл смеси ацетон-бензол (3:1) и 0,1 г активированного угля марки ОУ-"А",встряхивают в течение 3-5 мин.Фильтруют через бумажный фильтр,тщательно промывая 30 мл смеси ацетон-бензол (3:1).Фильтрат упаривают в вакууме водоструйного насоса при температуре водяной бани 50°С досуха. К сухому остатку прибавляют 100 мкл трифторуксусного ангидрида,20 мкл пиридина сухого.Реакционную смесь выдерживают в течение ~ 40 мин, затем к ней прибавляют 1 мл бензола и 5 мл дистиллированной воды,встряхивают в течение 2-х минут.После разделения фаз проводят хроматографический анализ бензольного верхнего слоя.

II вариант аналогично подготовке анализируемого образца почвы.

Вода. 200 мл анализируемой пробы воды помещают в плоскодонную колбу емкостью 500 мл, заливают 100 мл хлороформа. Смесь перемешивают на аппарате для встряхивания в течении ~ 1 часа, затем отделяют в делительной воронке нижний слой хлороформа. Его сушат безводным сульфатом натрия и упаривают в вакууме водоструйного насоса досуха при температуре бани 60°С. К сухому остатку прибавляют 100 мкл трифторуксусного ангидрида, 20 мкл

пиридина. Реакционную смесь выдерживают в течение ~ 40 минут, затем к н прибавляют 10 мл бензола и 5 мл дистиллированной воды, встряхивают в течение ~ 2-х мин. После разделения фаз проводят хроматографический ана лиз верхнего бензольного слоя.

2.5.2. Хроматографический анализ

Газовый хроматограф серии "Цвет" с ДПР

Колонка хроматографическая стеклянная 1 м с внутренним диаметром 3,5 мм

Неподвижная фаза 5% SE-30 на хроматоне N-AW-ДМСS.

Температура колонки - 220°С

Температура испарителя - 250°С

Температура детектора - 270°С

Газ-носитель - азот с расходом 65-70 мл/мин

Вводимый объем - 3 мкл

Шкала множителя - 20.10^{12}

Скорость диаграммной ленты 600 мм/час

Время удерживания 2,20 мин

Количественную оценку проводят методом *соотношения*

со стандартом феноксикарба, из которого получено ацильное производное, по схеме, указанной для рабочих проб.

Расчет результатов анализа проводят по формуле:

$$X=\frac{C \cdot H_2 \cdot V_1 \cdot V_3}{H_1 \cdot V_2 \cdot P}$$, где

X-содержание феноксикарба в анализируемой пробе, мг/кг, мг/л;

C-концентрация стандартного раствора для ГЖХ, вводимого в хроматограф, мкг/мл;

H_1-высота пика стандартного раствора, мм;

H_2-высота пика пробы, мм;

V_1-объем анализируемого экстракта пробы, мл;

V_2-объем стандартного ацилированного раствора,введенного в хроматограф, мкл;

V_3-объем ацилированной пробы,введенный в хроматограф,мкл;

Р-навеска анализируемой пробы,г.

2.5.3.Метод тонкослойной хроматографии

Пробу сконцентрированную до 0,5 мл количественно переносят на пластинку "Силуфол". Параллельно наносят серию стандартных растворов с содержанием 0,3; 0,5; 1,0 мкг действующего вещества феноксикарба. Хроматографируют в системе растворителей гексан: этилацетат : уксусная кислота (66:35:1). После высушивания пластинку помещают на 1-2 с в камеру с хлором. Затем пластинку вынимают из камеры и оставляют на воздухе до исчезновения запаха хлора.После обработки пластинки 1%-ным раствором о-толидина в ацетоне феноксикарб проявляется в виде голубых пятен на белом фоне,при нагревании пластинки в сушильном шкафу при 60-80^{0}С в течение 20 мин цвет пятен изменяется.Феноксикарб проявляется в виде коричневых пятен на горчичном фоне.R_f=0,42$\pm$0,04.

Содержание инсегара в исследуемой пробе вычисляют по формуле:

$$X=\frac{A}{P}\text{ ,мг/кг (мг/л),где}$$

А-количество препарата,найденное на хроматограмме при сравнении со стандартом,мкг;

Р-навеска пробы в мл.

3.Техника безопасности

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

gost.e-ecolog.ru