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 № 24

МОСКВА
ЦЕНТР НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ИНФОРМАЦИИ,
ПРОПАГАНДЫ И РЕКЛАМЫ
1996 г.

gost.e-ecolog.ru

"Утверждено" Министерством здравоохранения СССР

"29" июля 1991 г.

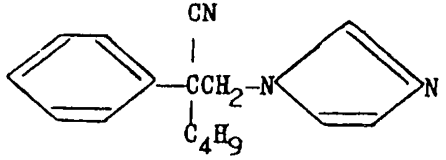
N 6256-91

Методические указания по измерению концентраций фенапанила в воздухе рабочей зоны тонкослойной хроматографией.

1. Краткая характеристика препарата.

Фенапанил -- является действующим веществом препарата "Систан" ф. Ром Хаас, США). Название по номенклатуе ИЮПАК: альфа-п-бутил-альфа фенил-1Н-имидазол-1-пропан-нитрил.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_{16}H_{18}N_3$

Молекулярная масса 252,3.

Ткип 200° С (75 мм.рт.ст). Растворимость: вода - 1%; ксилол, ацетон > 50%; этиленгликоль > 25%. Давление паров - 1.10^{-3} мм.рт.ст. (25° С). $ЛД_{50}$ технического продукта для крыс - 1590 мг/кг.

Фунгицид и протравитель семян с широким спектром действия.

2. Методика определения фенапанила в воздухе рабочей зоны тонкослойной хроматографией.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Определение основано на хроматографировании анализируемого соединения в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зон локализации раствором бромфенолового синего (БФС).

2.1.2. Метрологическая характеристика метода.

Предел измерения в анализируемом объеме пробы - 5 мкг.

Предел измерения в воздухе - 0,05 мг/м^3 (при отборе 100 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций - 0,05-5 мг/м^3.

Определению не мешают наполнители технического препарата.

Граница суммарной погрешности измерения - ±15%.

Разработчики: И.П.Литвин, Д.Б.Гиренко (УкрНИИГИНТОКС, г.Киев)

2.2. Реактивы и растворы.

Ацетон, х.ч., ГОСТ 2603-79.

н-Гексан, х.ч., ТУ 6-09-3375-78.

Фенапанил, аналитический стандарт, фирма Ром Хаас.

Хлороформ, ч., ГОСТ 20015-77.

Сульфат натрия безводный, ч., ГОСТ 4166-81.

Пластинки "Силуфол".

Проявляющий реактив - раствор бромфенолового синего и нитрата серебра.

Раствор А: 100 мг бромфенолового синего растворяют в 10 мл ацетона.

Раствор Б: 1 г нитрата серебра растворяют в 40 мл воды и добавляют 120 мл ацетона.

Раствор А и Б сливают в мерную колбу на 200 мл и доводят ацетоном до метки. После обработки БФС, пластинку обесцвечивают 2%-ным раствором лимонной кислоты.

Стандартный раствор фенапанила с концентрацией 200 мкг/мл в ацетоне. Хранят в холодильнике не более 2-х месяцев.

Пенополиуретановая прокладка - диаметр 5-7 см (по размеру фильтродержателя), толщина - 1,5-2 см. Предварительная подготовка прокладки - подготовленные по размеру прокладки помещают в стакан, заливают ацетоном на 2-4 часа, затем сливают ацетон, отжимают и высушивают на воздухе. Прокладки можно использовать несколько раз.

2.3. Приборы и посуда.

Электроаспиратор для отбора проб воздуха, ТУ 64-1-862-77.

Поглотитель Зайцева емкостью 250 мл.

Фильтродержатели.

Ротационный вакуумный испаритель для отгонки растворителей с набором колб, ИР-1М, ТУ 64-18-77 (или аналогичного типа).

Облучатель ртутнокварцевый, ТУ 64-1-1618-72.

Воронки химические диаметром 6 см, ГОСТ 8613-75.

Воронки делительные емкостью 250 мл, ГОСТ 10054-75.

Посуда мерная по ГОСТ 1770-74.

Камера хроматографическая, ГОСТ 10565-75.

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 10391-74.

2.4. Условия отбора проб.

Фильтр (или пенополиуретановую прокладку) плотно закрепляют в фильтродержателе. Последовательно подсоединяют поглотитель Зайцева, заполненный 100 мл смеси ацетон-вода (1:1). Подсоединяют систему к аспирационному устройству и протягивают воздух со скоростью 5 л/мин. в течение 20 мин.

2.5. Условия анализа.

Бумажный фильтр (или пенополиуретановую прокладку) помещают в коническую колбу и заливают 50 мл ацетона на 30 мин. Экстракцию повторяют дважды. Объединяют фильтрат, сливают в колбу для отгонки растворителей.

Упаривают до объема 0,2-0,3 мл.

Смесь ацетон-вода переносят из поглотителя Зайцева в делительную воронку, прибавляют 100 мл дистиллированной воды, перемешивают и препарат экстрагируют хлороформом дважды по 30 мл. Объединяют хлороформный слой, сушат безводным сульфатом натрия и упаривают до объема 0,2-0,3 мл.

Подготовленные пробы (экстракт из фильтра и экстракт из поглотителя) количественно наносят при помощи капиллярной пипетки на хроматографическую пластинку так, чтобы диаметр пятна не превышал 1 см. Центр пятна должен быть на расстоянии 2 см от нижнего края пластинки. Колбу с экстрактом 2-3 раза смывают небольшими порциями хлороформа, который также наносят в центр пятна. Справа и слева от пробы наносят серию стандартных растворов, содержащих 3; 5; 10 мкг препарата. Пластинку с нанесенными растворами помещают в хроматографическую камеру, содержащую смесь растворителей хлороформ-ацетон 5:1. После поднятия фронта растворителя на 10 см пластинку вынимают и оставляют на несколько минут на воздухе для испарения подвижного растворителя. Затем пластинку обрабатывают раствором бромфенолового синего. Фон пластинки обесцвечивают 2%-м раствором лимонной кислоты (уксусной кислоты). Систан проявляется в виде пятна голубого цвета. Величина $R_f = 0,45 \pm 0,0\%$.

Количественное определение пестицида проводят путем сравнения интенсивности окраски и площади пятна пробы и стандартного раствора. Прямолинейная зависимость между площадью и интенсивностью окраски пятна и концентрацией препарата в пятне соблюдается в интервале 3-10 мкг.

Концентрацию фенапанила (X) в воздухе в мг/м^3 вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G}{V_{20}}, \text{где}$$

G - количество фенапанила, найденное в хроматографируемом объеме, мкг;

V_{20} - объем воздуха, отбраный для анализа и приведенный к нормальным условиям, л.

3. Требования техники безопасности.

Необходимо соблюдать общепринятые правила техники безопасности при работе с органическими растворителями, токсическими веществами и ртутно-кварцевыми приборами.

gost.e-ecolog.ru