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.

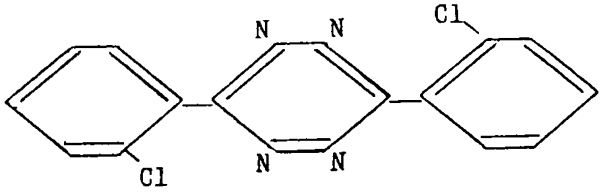
N 6141-91

Методические указания по измерению концентраций клофентезина в воздухе рабочей зоны хроматографическими методами.

1. Краткая характеристика препарата.

Клофентезин - 3,6-Бис(2-хлорфенил)- 1,2,4,5- тетразин - является действующим веществом акарицидного препарата "Аполло" фирма АгрЕво, Германия.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_{14}H_8Cl_2N_4$

Молекулярная масса: 303,2

Красное кристаллическое вещество без запаха, Тпл 182-186° С. Растворимость (в г/л) при 25° С: в хлороформе 50, в бензоле 2,5, в ацетоне 5, в циклогексане 1,7, в этаноле 1, в гексане 1, в воде < 0,001. Давление паров 13 фПа (25° С). Коэффициент распределения октанол-вода 150. Слабо воспламеняем. Действующее вещество и препаративная форма акарицида стабильны на свету, воздухе и при нагревании.

Выпускается в виде 50%-ного с.п. и 50%-ного суспензионного концентрата. Применяется для борьбы с травоядными клещами на фруктовых деревьях, цитрусовых, виноградниках и декоративных культурах при нормах расхода 0,2-0,6 г/га, на хлопчатнике 0,5-1,0 кг/га.

$ЛД_{50}$ для крыс < 3200 мг/л. Не токсичен для пчел, мало токсичен для птиц.

2. Методика определения клофентизина в воздухе рабочей зоны хроматографическими методами.

2.1. Основные положения.

Разработчики: Д.Б.Гиренко (УкрНИИГИНТОКС г. Киев).

2.1.1. Принцип метода.

Метод основан на определении клофентизина газожидкостной и тонкослойной хроматографией после концентрирования его из воздуха на фильтре и экстракции органическим растворителем.

2.1.2. Избирательность метода.

Определению не мешают наполнители технического препарата.

2.1.3. Метрологическая характеристика метода.

Предел измерения в анализируемом объеме экстракта методом ГЖХ - 2 нг, методом ТСХ - 3 мкг.Чувствительность определения в воздухе (при отборе 100 л) - 0,01 мг/м^3 .Диапазон измеряемых концентраций 0,01-0,1 мг/м^3 .

Граница суммарной погрешности ± 18% .

2.2. Реактивы, растворы, материалы.

Для ГЖХ.

Азот особой чистоты газообразный, ГОСТ 9293-74.

Ацетон, х.ч., ГОСТ 2601-79.

Хроматон N-AW-DMCS (0,16-0,20 мм) с 5% SE-30.

Натрий сульфат безводный, чда., ГОСТ 4166-76.

Клофентизин, ан.стандарт, фирма АгрЕво.

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

Стандартный раствор клофентизина, содержащий 100 мкг/мл вещества, готовят растворением в ацетоне 10 мг препарата в мерной колбе на 100 мл. Хранят в холодильнике не более 2-х месяцев.

Для ТСХ.

Аммиак водный, 25%, чда., ГОСТ 3760-79.

Ацетон, ч., ГОСТ 2601-79.

Гексан, хч., ТУ 6-09-3375-78.

Нитрат серебра, ч., ГОСТ 1277-75.

Пластинки "силуфол" (Хемапол, ЧССР).

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

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

Подвижная фаза гексан-ацетон (4:1 по объему).

Проявляющий реагент: 0,5 г $AgNO_3$ растворяют в 5 мл дистиллированной воды, прибавляют 7-10 мл аммиака (d= 0,90 г/см^3) и доводят объем раствора до 200 мл ацетоном.

2.3. Приборы и посуда.

Газовый хроматограф с детектором постоянной скорости рекомбинации электронов (ДПР) типа "Цвет", "Кристалл" и др.

Электроаспиратор, ТУ 64-1-862-77.

Испаритель ротационный ИР-1М, ТУ 25-11-917-79.

Колонка стеклянная 1000 х 3 мм.

Микрошприц МШ 10 М на 10 мкл, ТУ 283-3-106.

Лампа ртутно-кварцевая, ТУ 61-1-16-18-77.

Посуда мерная по ГОСТ 1770-74.

Колбы грушевидные, круглодонные на 25, 50, 250 мл, ГОСТ 23932-79.

Камера хроматографическая, ГОСТ 23932-79.

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 10391-79.

Фильтродержатель.

2.4. Отбор и подготовка проб.

Воздух со скоростью 5 л/мин аспирируют 20 мин через помещенный в фильтродержатель бумажный фильтр "синяя лента". Рекомендуется отобрать 3 параллельные пробы (хранят в холодильнике не более 2-х месяцев).

2.5. Описание определения.

2.5.1. Газохроматографический метод.

Бумажный фильтр из фильтродержателя после отбора пробы помещают в коническую колбу, заливают 20 мл ацетона и содержимое встряхивают в течение 20 мин. Экстракцию повторяют еще раз. Экстракты объединяют, ацетон сушат безводным сульфатом натрия, концентрируют до 1 мл, аликвоту вводят в хроматограф, а оставшийся экстракт повторно концентрируют до объема 0,1-0,2 мл и наносят на хроматографическую пластинку.

Условия хроматографирования.

Хроматограф с ДПР.

Температура колонки - 220° С, испарителя - 240° С, детектора - 240° С.

Вводимый объем 5 мкл.

Шкала электрометра 20.10^{-12} А.

Носитель - Хроматон N-AW-DMCS (0,16-0,20 мм).

Неподвижная фаза 5% SE-30.

Длина колонки 1000 х 3 мм.

При указанных условиях хроматографирования препарат дает три пика: один основной (t уд. 4,8 мин) и два других (t уд. 2,5 мин и 7,4 мин).

Линейный диапазон детектирования (по основному пику) 2-25 нг.

Минимально детектируемое количество (основной пик) - 2 нг.

Для количественного определения измеряют площадь основного пика в пробе и стандартном растворе (при условии, что пики близки по величине и определение ведется в линейном динамическом диапазоне детектора).

Содержание клофентизина в пробе рассчитывают по формуле:

$$X=\frac{C_{ст}.V_{ст}.S_{пр}.V_{общ}}{V_{пр}.S_{ст}.V_{20}},\text{где}$$

Сст - концентрация клофентизина в стандартном растворе, мкг/мл;

Sст - площадь пика стандарта, $мм^2$;

Sпр - площадь пика пробы, $мм^2$;

Vст - объем стандарта, введенный в хроматограф, мкл;

Vпр - объем пробы, введенный в хроматограф, мкл;

Vобщ - общий объем пробы после упаривания, мл;

V_{20} - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к нормальным

условиям, л.

2.5.2. Метод тонкослойной хроматографии.

Пробу, сконцентрированную до объема 0,1-0,2 мл, количественно наносят на пластинку "силуфол". Параллельно наносят серию стандартных растворов с содержанием клофентизина 3,0; 5,0; 10,0 мкг.Образцы хроматографируют в смеси растворителей гексан-ацетон (4:1). Клофентизин в стандартном растворе и пробе обнаруживается на пластинке в виде пятна красного цвета.

Для повышения надежности идентификации пластинку после хроматографирования можно обработать водно-ацетоновым раствором аммиаката серебра и после этого поместить на 30 мин под УФ-облучение. Клофентизин обнаруживается в виде серо-черного пятна. Величина $R_f = 0,47 \pm 0,05$.

Содержание хлофентизина в исследуемой пробе вычисляют по формуле:

$$X = \frac{A}{V}\ мг/м^3, \text{где}$$

A - количество препарата, найденное по хроматограмме при сравнении со стандартом, мкг;

V - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к нормальным условиям, л.

3. Требования техники безопасности.

Необходимо соблюдать общепринятые правила техники безопасности при работе с органическими растворителями и токсичными веществами.

gost.e-ecolog.ru