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 № 21
Часть 2-ая

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

gost.e-ecolog.ru

Министерство сельского хозяйства
Российской Федерации

Государственная комиссия
по химическим средствам борьбы
с вредителями, болезнями растений и сорняками

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

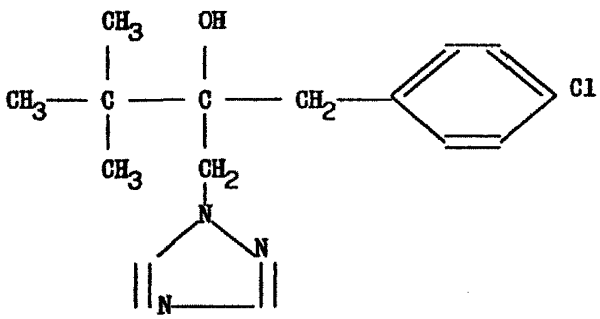
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

Сборник № 21
Часть 2-ая

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

Утверждено Министерством
здравоохранения СССР
" 29 " июля 1991 г
№ 6112-91

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ФОЛИКУРА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ И ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ



$C_{16}H_{20}ClN_3O$

М.м. 307,83

Синонимы: Тебуконазол,HWG 1608,Раксил.

Фоликур (фирма "Байер") новый системный фунгицид на зерновых культурах (пшеница,ячмень,рожь,овес) из группы триазолов широкого спектра действия.Препарат малотоксичен для рыб,пчел и птиц.

Характеристика метода

Определение основано на отборе пробы воздуха,экстракции ацетоном,концентрировании и хроматографировании анализируемого соединения методом ТСХ или ГЖХ.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме 5 нг (ГЖХ),1 мкг (ТСХ).

Нижний предел измерения 0,005 мг/м^3(ГЖХ) или 0,025 мг/м^3(ТСХ) при отборе 200 л воздуха.Диапазон измеряемых концентраций 0,005-0,05 мг/м^3(ГЖХ) и 0,025-0,25 мг/м^3(ТСХ).

Погрешность измерения не превышает $\pm$23%.

Реактивы и материалы:

Фоликур,98% (фирма "Байер").

Разработчики:Н.И.Рева,В.П.Ракитский,ВНИИГИНТОКС,г.Киев

Ацетон,чда,ГОСТ 2603-79.

Гексан,хч.,ТУ 6-09-3375-78.

Бензол,хч.,ГОСТ 5955-75.

Кислота укоусная,хч.,ГОСТ 18290-79,5%-ный водный раствор.

Кислота лимонная,хч.,ГОСТ 3652-74,2%-ный водный раствор.

Аммиак водный,чда.,ГОСТ 3760-79.

Серебро азотнокислое,чда.,ГОСТ 3760-79.

Бромфеноловый синий,чда.,ТУ 6-09-3779-83.

Натрий сернокислый безводный,чда.,ГОСТ 4266-76.

Вода дистиллированная,ГОСТ 7602-72.

Пластины "Силуфол" (ЧССР).

Фильтры бумажные беззольные "синяя лента",ТУ 6-09-1678-77, диаметр 5,5-6,0 мм.

Вата гигроскопическая .

Приборы и посуда:

Газовый хроматограф с пламенно-ионизационным детектором.

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

Весы аналитические ВЛА-200М.

Фильтродержатели.

Испаритель ротационный ИР-1М,ТУ 25-11-917-74.

Холодильник бытовой.

Шкаф электрический сушильный,ТУ 64-1-1411-72.

Баня водяная,ТУ 64-1-2850-76.

Вакуумный водоструйный насос,ГОСТ 10396-75.

Колбы грушевидные вместимостью 50-100 мл(для отгонки растворителя), ГОСТ 10394-72.

Холодильник,ГОСТ 25336-82.

Колбы мерные,цилиндры,мензурки,пробирки,ГОСТ 1770-74.

Колбы конические плоскодонные,ГОСТ 25336-82.

Воронки лабораторные,диаметр 56 мм,ГОСТ 8613-70.

Пипетки на 1,5,10 мл,ГОСТ 20292-74.

Воронки делительные на 250 мл,ГОСТ 8613-75.

Микропипетки на 0,1; 0,2 мл,ГОСТ 20292-74.

Пульверизатор стеклянный,ГОСТ 10391-74.

Скальпель.

Камера для хроматографирования,ГОСТ 10565-75.

Камера для опрыскивания пластинок,ТУ 25-11-430-70.

Колба с тубусом,ГОСТ 25336-82.

Воронка Бюхнера,ГОСТ 9147-80.

Секундомер,ГОСТ 5072-79.

Лампа ртутно-кварцевая ПРК-4,ТУ 16-536-280-74.

Отбор проб

Воздух со скоростью 10 л/мин аспирируют через бумажный фильтр "синяя лента",закрепленный в фильтродержателе.Продолжительность отбора пробы - 30 мин.Длительность хранения проб в стеклянной таре в защищенном от света месте не более 5-ти суток.

Подготовка к определению

Приготовление стандартного раствора фоликура

10,2 мг (98%-ный препарат) фоликура помещают в мерную колбу на 100 мл, доводят ацетоном до метки.Получают раствор с концентрацией 100 мкг/мл. Годен к употреблению в течении 30 дней.

Рабочие растворы фоликура с концентрацией 1,0; 2,5; 5,0; 10,0 мкг/мл готовят в градуированных пробирках с пришлифованной пробкой,вместимостью 10 мл соответствующим разбавлением ацетоном стандартного раствора. Хранят рабочие растворы в холодильнике.Годны к употреблению 30 дней.

Приготовление растворов проявляющих реагентов,пластинок.

1.Раствор азотнокислого серебра в аммиаке и ацетоне

0,5 г азотнокислого серебра растворяют в 5 мл дистиллированной воды, добавляют 12-16 мл аммиака (плотность 0,9 г/см^3) или доводят объем жидкости до 100 мл ацетоном.Раствор хранят на холоде в затемненном месте. Срок хранения 7-10 дней.

2.Бромфеноловый синий

Готовят два раствора.1.0,5%-ный водно-ацетоновый (1:3) раствор азотно кислого серебра; 2.10 мл 0,05%-ного раствора бромфенолового синего в ацетоне.Раствор 2 разбавляют раствором 1 до объема 100 мл.Годен к употреблению в течение 5-7 дней.После обработки пластинок бромфеноловым реагентом осветляют фон обработкой слоя сорбента свежеприготовленным 2%-ным водным раствором лимонной кислоты или 5%-ным водным раствором уксусной кислоты.

Подготовка пластин "Силуфол"

Пластинку "Силуфол" помещают в хроматографическую камеру,содержащую смесь растворителя ацетон-25%-ный аммиак в соотношении 7:3 (об/об). Глубина погружения пластинки в растворитель составляет 0,5 см.После подъема фронта растворителя до верхнего конца пластинки ее вынимают из камеры и выдерживают на воздухе до испарения растворителей.После этого пластинка готова к употреблению.Хранят подготовленные пластинки в эксикаторе под слоем осушителя.

Проведение определения

Подготовка пробы к анализу

Бумажный фильтр,содержащий фоликур,из фильтродержателя переносят в химический стакан или коническую колбу и заливают 15-20 мл ацетона. Экстрагируют пестицид из фильтра в течении 10-15 мин периодически перемешивая содержимое емкости.Экстракцию повторяют дважды свежими порциями ацетона,экстракты объединяют,отгоняют на ротационном испарителе до объема 1,0-1,5 мл при температуре бани не выше 55^{o}C.

Условия анализа

Определение методом ТСХ

0,2 мл полученного раствора наносят микропипеткой на очищенную пластинку "Силуфол".Рядом с пробой наносят по 0,2 мл каждого рабочего раствора фоликура,что соответствует содержанию в пятне 0,5; 1,0; 2,0 мкг препарата.

Пластинки помещают в хроматографическую камеру,куда за 10-15 мин до хроматографирования наливают смесь растворителей: бензол-ацетон (2:1) (смесь 1) либо гексан-ацетон (2:1)(смесь 11) в таком количестве,чтобы глубина погружения пластинки в растворитель составила 0,5 см.После подъема фронта растворителя от линии старта на высоту 10 см хроматографирование прекращают.Пластинку выдерживают в вытяжном шкафу до испарения растворителей и обрабатывают одним из проявляющих реагентов.При обработке аммиакатом серебра пластинку орошают до влажного состояния,выдерживают в вытяжном шкафу 15-20 мин (до исчезновения запаха аммиака) и подвергают УФ-облучению в течение 10-15 мин(нефильтрованные УФ-лучи /лампа ПРК-4/).Пластинку помещают на расстоянии 20 см от источника света.При наличии фоликура на хроматограмме проявляются пятна серо-черного цвета.После обработки пластинки бромфеноловым реагентом пластинку опрыскивают раствором лимонной (или уксусной)кислоты.О наличии фоликура в пробе свидетельствует появление в этом случае синего пятна на желтом фоне.Величины R_f фоликура в указанных подвижных растворителях следующие: бензол-ацетон (2:1) - 0,35, гексан-ацетон (2:1)-0,5.

Минимально-детектируемое количество фоликура -1,0 мкг

Условия газохроматографического анализа

Детектор постоянной скорости рекомбинации

Колонка стеклянная - 1000 х 3 мм

Твердый носитель -Хромосорб-750

Жидкая фаза - 3% OV-17

Температура термостата колонки - 180°С

детектора - 190°С

испарителя - 200°С

Газ-носитель -азот особой чистоты

Скорость движения диаграммной ленты - 240 мм/мин

Скорость потока азота через колонку - 60 мл/мин

Скорость потока азота через детектор - 150 мл/мин

Рабочая шкала электрометра - 20 х 10^{-12}

Время удерживания фоликура - 9 мин 40 сек

Объем вводимой пробы - 2-5 мкл

Линейность детектирования - 5,0-20,0 нг.

Обработка результатов в анализе

Концентрацию фоликура в мг/$м^3$ воздуха (Х) вычисляют по формуле:

Тонкослойная хроматография

$$X = \frac{J \cdot V}{V_{20} \cdot V_1}$$, где

J - количество фоликура в пятне пробы,найденное путем сравнения со стандартами,мкг;

V - окончательный объем рабочей пробы,мл;

V_1 - объем аликвоты,нанесенный на пластинку,мл;

V_{20} -объем пробы воздуха (л),отобранный для анализа и приведенный к нормальным условиям.

Газожидкостная хроматография:

$$X = \frac{S_{пр} \cdot G \cdot V_1}{S_{ст} \cdot V \cdot V_{20}}$$, где

$S_{пр}$ - площадь пика анализируемой пробы,$мм^2$;

$S_{ст}$ - площадь пика стандарта,$мм^2$;

G - содержание фоликура в стандарте,нг;

V_1 - объем пробы,мг;

V - объем хроматографируемой пробы,мкл;

V_{20}- объем воздуха,отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям.

Требования безопасности

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

gost.e-ecolog.ru