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

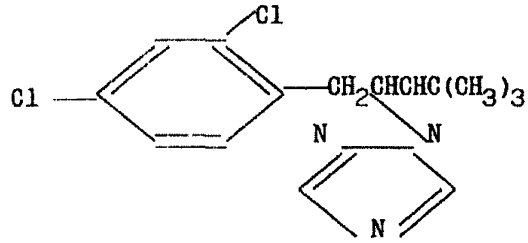
МОСКВА
ЦЕНТР НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ИНФОРМАЦИИ,
ПРОПАГАНДЫ И РЕКЛАМЫ
1994 г.

gost.e-ecolog.ru

Утверждено Министерством
здравоохранения СССР
26 февраля 1991 г.
№ 5325-91

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВИДЖИЛА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Виджил (дихлорбутразол) -1-(2,4 дихлорфенил)-4,4 диметил -2 (1, 2,4,- триазолил-1) пентанол



$C_{15}H_{19}Cl_2N_3O$
М.м.328,3

Белое кристаллическое вещество. Т пл.140-143°С. Растворим в метаноле, ацетоне, этаноле, хлороформе,растворимость в воде при 20°С 9 мг/л.

$ЛД_{50}$ для крыс - 5000 мг/кг. Используется в качестве системного фунгицида против мучнистой росы и ржавчины зерновых культур, против парши садовых культур.

Характеристика метода

Метод основан на определении виджила хроматографическими методами (ГЖХ,ТСХ) после концентрирования из воздуха.

Отбор проб производится с концентрированием (бумажный фильтр "синяя лента").

Предел измерения в анализируемом объеме методом ГЖХ-00,01 нг,

Предел измерения ТСХ- 2 мкг.

Разработчики: Д.Б.Гиренко,Л.Е.Морару,ВНИИГИНТОКС, Киев.
Т.М.Петрова, Т.Ф.Блинова, ВИЗР, Санкт-Петербург.

Предел измерения в воздухе-0,01 мг/м^3 (при отборе 100 л воздуха)

Диапазон измеряемых концентраций 0,01-0,1 мг/м^3

Определению не мешают наполнители технического препарата

Граница суммарной погрешности $\pm$ 17,3 %.

II.Реактивы, растворы, материалы

Для ГЖХ

Азот особой чистоты газообразный, ГОСТ 9293-74.

Ацетон,хч, ГОСТ 2601-79.

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

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

Фильтры бумажные "синяя лента", ТУ 6-09-1676-77.

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

Для ТСХ

Ацетон, ч., ГОСТ 2601-79.

Гексан, х.ч., ТУ 6-09-33-75-78.

Хлороформ, ч., ГОСТ 20015-74.

Бромфеноловый синий, ч., ТУ 6-09-3719-83.

Лимонная кислота, осч., 6-4 ТУ 6-09-584-75,2%-ный раствор.

Нитрат серебра, ч., ГОСТ 1277-75.

Пластинки "Силуфол" (Хемапол, ЧССР).

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

Подвижная фаза ацетон-хлороформ 1:9.

Проявляющий реактив раствор А: 50 мг бромфенолового синего равствояют в 10 мл ацетона. Раствор Б: 500 мл нитрата серебра растворяют в 20 мл воды и прибавляют 60 мл ацетона. Растворы А и Б оливают в мерную колбу на 100 мл и доводят ацетоном до метки. После

обработки БФС, пластинку обесцвечивают 2% раствором лимонной или уксусной кислоты.

III.Приборы и посуда

Газовый хроматограф (типа "Цвет","Кристалл") с детектором постоянной скорости рекомбинации.

Электроаспиратор ,ТУ 64-1-862-77.

Фильтродержатели.

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 25336-82.

Ротационный испаритель с набором колб (типа ИР-1),ТУ 25-11-917-76.

Посуда стеклянная лабораторная по ГОСТ 1770-74,ГОСТ25336-82, ГОСТ 20292-74.

Колонки стеклянные 1000х3 мм.

Микрошприц на 10 мкл, МШ-10 ТУ 283-3-108.

IV. Условия отбора проб

Исследуемый воздух со скоростью 5 л в минуту аспирируют через фильтр "синяя лента", помещенный в фильтродержатель в течение 20 мин.Рекомендуется отобрать 3 параллельные пробы.(Хранят в холодильнике не более 2-х месяцев).

V. Условия анализа

Фильтр переносят в коническую колбу, заливают 15-20 мл ацетона и встряхивают в течение 20 мин. Экстракцию повторяют еще раз. Ацетон сушат безводным сульфатом натрия, концентрируют до 1 мл и аликвоту вводят в хроматограф, а оставшийся экстракт наносят на хроматографическую пластинку.

Условия хроматографирования

Хроматограф с ДПР

Температура колонки - 230°С,испарителя 240°С,детектора -270°С.

Скорость газа-носителя (азота)- 40 мл/мин.

Длина колонки 1000х3 мм.

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

Подвижная фаза- 5% SE-30.

Шкала электрометра 20.10^{-12}А.

Температура удерживания 2 мин 6 с.

Концентрацию топаза в воздухе определяют по формуле:

$$X = \frac{C \cdot h_{пр} \cdot V_{ст} \cdot V_{общ.}}{h_{ст.} \cdot V_{пр} \cdot V_{20}}$$, где

C- концентрация топаза в стандартном растворе, мкг/мл;

$h_{ст.}$ - высота пика стандарта,мм;

$h_{пр}$ - высота пика пробы, мм;

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

$V_{ст}$ - обьем стандарта, введенный

$V_{общ}$ - общий обьем пробы, мл;

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

Для определения концентрации виджила в воздухе методом тонкослойной хроматографии поступают следующим образом: пробу сконцентрированную до обьема 0,3-0,5 мл количественно наносят при помощи капилляра на хроматографическую пластинку так,чтобы диаметр пятна не превышал 1 см. Центр пятна должен быть на расстоянии 2-х см от нижнего края пластинки. Колбу с экстрактом 2-3 раза смывают порциями ацетона, который также наносят в центр пятна. Справа и слева от пробы наносят серию стандартных растворов виджила,содержащих 2 мкг,5 мкг; 10 мкг препарата. Пластинку хроматографируют в системе хлороформ-ацетон 9:1. После хроматографирования пластинку высушивают на воздухе, после чего обрабатывают из пульверизатора проявляющим реактивом БФС. После высушивания пластинку обесцвечивают раствором лимонной или уксусной кислоты.Топаз проявляется в виде пятна ярко-голубого цвета на желтом фоне. Величина R_f топаза $0,5^{\pm} 0,05$

Содержание виджила в исследуемой пробе вычисляют по формуле:

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

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

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

VI. Требования безопасности

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

gost.e-ecolog.ru