МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по определению микроколичеств пестицидов в продуктах питания, кормах и внешней среде

Сборник № 25

Москва
1997 г.

gost.e-ecolog.ru

Утверждено
Министерством здравоохранения СССР
"29" июля 1991 г.
№ 6235-91

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ФЛУФЕНОКСУРОНА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ

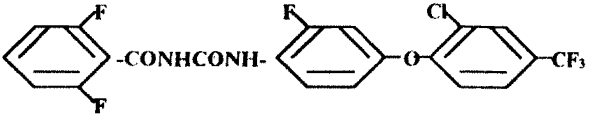
1.Краткая характеристика препарата.

Торговое наименование: Каскад.

Фирма-производитель: Цианамид (США).

Действующее вещество: флуфеноксурон,1-[4-(2-хлор-α,α,α-трифтор - п - толилокси)-2-фторфенил]-3-(2,6-дифторбензоил)мочевина.

Относится к группе ацилмочевин.



Эмпирическая формула: $C_{21}H_{11}ClF_6N_2O_3$.

Молекулярная масса: 488,5.

Химически чистое соединение представляет собой белый кристаллический порошок без запаха с температурой плавления 169-172° С. Хорошо растворим в большинстве органических растворителей (хлороформ, ацетон, бензол и др.), растворимость в воде ограничена (4 . 10^{-6} г/л). Стабилен по отношению к действию света и температуры. Давление пара при 20° С - 4,55 х 10^{-9} Н/м² .

В воздухе рабочей зоны может находиться в виде аэрозоля.

Краткая токсикологическая характеристика:

Умеренно токсичен.

Острая оральная токсичность:

$ЛД_{50}$ крысы - более 3000 мг/кг.

Острая дермальная токсичность:

$ЛД_{50}$ крысы - более 2000 мг/кг.

ОБУВ каскада в воздухе рабочей зоны не установлен.

Область применения препарата.

Каскад - регулятор роста насекомых и клещей. Используется за рубежом в качестве инсектоакарицида, эффективен против многих вредителей плодовых и овощных культур, виноградной лозы, цитрусовых, хлопчатника, кукурузы, сои.

Выпускается в виде 5% диспергируемого в воде концентрата.

Разработчики: Джагацпанян С.А., Петросян М.С., Бунятян Ю.А., НИИГТМУР, г.Ереван.

2. Методика измерения концентраций флуфеноксурона в воздухе рабочей зоны.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Определение основано на концентрировании аэрозолей флуфеноксурона из воздуха на фильтр "синяя лента" с последующей идентификацией и количественным определением с помощью газожидкостной (ГЖХ) и тонкослойной (ТСХ) хроматографии.

2.1.2. Избирательность методики.

Определению каскада в предлагаемых условиях не мешают близкие по структуре и области применения такие соединения как ДДТ, ДДЕ, ДДД, ГХЦГ, тальстар, номолт.

2.1.3. Метрологическая характеристика методики (n=25, p=0,95).

Метод анализа	Метрологические параметры					
	Предел обнаруж. мг/м³ .	Диапазон определяемых конц. мг/м³ .	Среднее значение обнаружен. %	Стандартное отклонение, %	Доверит. интервал среднего, %	Относит. стандартн. отклонение %
ГЖХ	0,04	0,04-0,8	98,6	±2,05	±0,95	±2,07
ТСХ	0,04	0,04-0,4	88,0	±7,13	±2,94	±8,10

2.2. Реактивы, растворы, материалы.

Флуфеноксурон, х.ч.
Хлороформ, х.ч., ГОСТ 20215-74.
н-Гексан, х.ч., ГОСТ 6-09-3875-78.
Ацетон, х.ч., ГОСТ 2603-79.
Спирт этиловый, х.ч., ТУ 6-1710-77.
Натрия сульфат безводный, ч., ГОСТ 4166-76.
Соляная кислота концентрированная, х.ч., ГОСТ 3118-77, 12% водный раствор (по объему).
Калий марганцевокислый, х.ч., ГОСТ 20490-76, 3% водный раствор.
Калий йодистый, х.ч., ГОСТ 4232-74, 1% водный раствор.
Крахмал водорастворимый, х.ч., ГОСТ 10163-76, 3% водный раствор.
Фильтры бумажные обеззоленные "синяя лента", ТУ 6-09-1673-77, предварительно промытые смесью хлороформ-ацетон (1:1) и высушенные.
Пластинки хроматографические "Силуфол" UV-254 (ЧССР) размером 15 х 15 см.
Азот, особой чистоты, газообразный в баллонах с редуктором, ГОСТ 9293-74.
Хроматон N-AW силанизированный ГМДС с 3% OV-17 (0,16-0,20 мм).

2.3. Приборы, аппаратура, посуда.

Хроматограф, снабженный детектором постоянной скорости рекомбинации.
Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-77.
Ротационный вакуумный испаритель с набором колб типа ИР-1М (2М), ТУ 25-11-917-74.
Ртутно-кварцевая лампа ПРК-2 или ПРК-4, ТУ 16-535-280-74.
Весы аналитические.
Фильтродержатели (патроны).
Хроматографическая стеклянная колонка длиной 2 м и внутренним диаметром 3 мм.
Секундомер, ГОСТ 5072-72.

Микропипетки на 0,1 мл, ГОСТ 20292-74.
Пипетки на 1,2, 5 мл, ГОСТ 20292-74.
Колбы мерные на 100 мл, ГОСТ 1770-74.
Колбы конические на 100 мл, ГОСТ 20292-82.
Воронки химические, ГОСТ 29932-74.
Цилиндры мерные емкостью 50, 100 мл, ГОСТ 1770-74.
Пробирки мерные емкостью 10 мл с ценой деления 0,1 мл, ГОСТ 1770-74.
Камера хроматографическая, ГОСТ 25336-82.
Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 10391-79.

2.4. Отбор проб.

Воздух со скоростью 5 л/мин аспирируют через фильтр "синяя лента" в течение 5 минут. (Для определения на уровне чувствительности методики необходимо отобрать 25 л воздуха). Пробы анализировать сразу.

2.5. Подготовка к определению.

2.5.1. Приготовление проявляющего реактива для ТСХ определения.

Проявляющий реактив для ТСХ определения: хлорирование - йодид калия - крахмал.
Раствор для хлорирования. Смешивают равные объемы 3% раствора перманганата калия и 12% раствора соляной кислоты. Готовят перед употреблением в количествах необходимых для разового пользования.
Проявляющий реагент: а) 1% раствор йодистого калия; б) 3% раствор крахмала; перед употреблением смешать растворы а),б) и этиловый спирт в соотношении 2,5:2,5:1.

2.5.2. Приготовление стандартных растворов.

Стандартный раствор с содержанием флуфеноксурона 100 мкг/мл (№1) готовят растворением 10,0 мг вещества в ацетоне в мерной колбе на 100 мл. Растворы, содержащие 20, 10, 1 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением ацетоном раствора №1. Хранят в холодильнике не более месяца.

2.5.3. Построение градуировочного графика.

2.5.3.1. Метод ГЖХ.

Для количественного определения флуфеноксурона методом ГЖХ строят градуировочный график методом абсолютной калибровки. Для этого готовят серию стандартных растворов с содержанием 1-20 мкг/мл в ацетоне, 1 мкл каждого разведения вводят в хроматограф. По полученным данным строят калибровочный график зависимости интенсивности пика (в мм) от количества флуфеноксурона (в мкг).

2.5.3.2. Метод ТСХ.

Для определения флуфеноксурона с помощью ТСХ применяли метод оценки по размерам пятна. Площадь пятен известных количеств стандартных растворов измеряют с помощью прозрачной или промасленной миллиметровой бумаги и строят график зависимости "площадь пятна - количество" в пределах диапазона линейности (1-10 мкг).

2.6. Описание определения.

Фильтр переносят в коническую колбу и экстрагируют флуфеноксурон хлороформом трижды по 15-20 мл, периодически встряхивая. Объединенные экстракты сушат безводным сульфатом натрия и концентрируют на ротационном испарителе до объема 0,2 мл.

Растворитель удаляют на воздухе досуха. Сухой остаток в колбе растворяют в 1 мл ацетона и далее анализируют методами ГЖХ и ТСХ.

Условия ГЖХ анализа следующие: хроматограф, снабженный детектором постоянной скорости рекомбинации, включают в соответствии с инструкцией на следующий режим: температура термостата колонок 220^0 С ; температура испарителя 250° С; температура детектора 230° С; скорость потока газа-носителя (азота) - 60 мл/мин; скорость диаграммной ленты 600 мм/час; рабочая шкала электрометра 5 х 10^{-12} а; хроматографируемый объем 1 мкл; нижний предел обнаружения - 1 нг. Абсолютное время удерживания на колонке с 3% ОУ-17 длиной 2 м - 5 минут.

Количественную оценку флуфеноксурона осуществляют с помощью калибровочного графика. На полученной хроматограмме измеряют интенсивность пиков и по калибровочному графику определяют количество флуфеноксурона.

Для определения флуфеноксурона с помощью ТСХ экстракт после анализа методом ГЖХ концентрируют до объема примерно 0,1-0,2 мл и количественно наносят на хроматографическую пластинку "Силуфол". Справа и слева от пробы наносят известные количества стандартного раствора флуфеноксурона в пределах линейности детектирования. Хроматографирование проводят в системе гексан-ацетон в соотношении 5:3. После поднятия фронта растворителя на 14 см пластинку проветривают на воздухе до полного удаления растворителей. После этого пластинку подвергают облучению УФ-светом в течение 30-35 минут, а затем помещают в камеру с хлорирующей смесью на 3 минуты. После этого пластинку оставляют на воздухе до полного удаления запаха хлора (около 15 минут) и обрабатывают из пульверизатора проявляющим реагентом (йод-крахмальный реактив). Зоны локализации каскада обнаруживаются в виде синих пятен на светлом фоне. Величина R_f составляет 0,5±0,02. Линейный диапазон измерения на пластинке составляет 1,0-10,0 мкг. Если содержание препарата в пробе превышает верхнюю границу диапазона линейности (10 мкг), то для нанесения на пластинку необходимо брать аликвотную часть экстракта.

На полученной хроматограмме измеряют интенсивность пятен (по окраске и площади) с помощью миллиметровой бумаги и по калибровочному графику определяют количество флуфеноксурона.

2.7. Обработка результатов анализа.

Концентрацию (С, мг/м^3) флуфеноксурона вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \cdot V}{V_1 \cdot V_{20}},$$

где:

а - количество флуфеноксурона, найденное по калибровочному графику, мкг;

V - общий объем анализируемого раствора, мл;

V_1 - хроматографируемый объем пробы, мл;

V_{20} - объем анализируемого воздуха, приведенный к стандартным условиям, л.

3. 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).

gost.e-ecolog.ru