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 № 22
Часть 2-ая

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

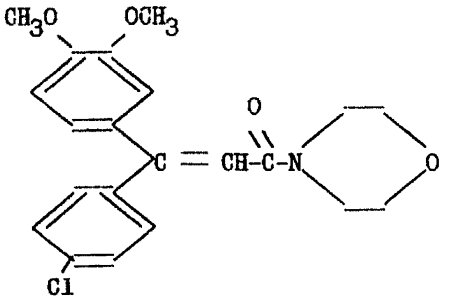
gost.e-ecolog.ru

УТВЕРЖДЕНО
МИНИСТЕРСТВОМ ЗДРАВО-
ОХРАНЕНИЯ СССР
" 29 " июля 1991 г.
№ 6192-91

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ДИМЕТОМОРФА (АКРОБАТА) В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ МЕТОДАМИ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ И ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

1.Краткая характеристика препарата

Диметоморф (акробат)-экспериментальный фунгицид,предназначенный для борьбы с фитофторой.



$C_{21}H_{22}ClNO_4$

М.м.287,9

Химическое название-(E,Z)-3 /3-(4-хлорофенил)-3-(3,4-диметокси-фенил) акрилоил/морфолин.

Бесцветное,твердое кристаллическое вещество,без запаха,реакции изомеризации происходят в различных растворителях под влиянием света. Температура плавления 127-148^{0}С.Легко растворим в ацетоне,ацетонитриле и метаноле,плохо растворим в гексане 0,122 г/л и воде 0,050 г/л.Препарат малотоксичен.$ЛД_{50}$ для мышей - 3700 мг/кг,а для крыс- 3900 мг/кг, не оказывает кожно-раздражающего действия.

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

2.Характеристика метода

Метод основан на использовании газожидкостной хроматографии с применением детектора по захвату электронов (ДЗЭ) или тонкослойной хроматографии.

Отбор проб производится с концентрированием на бумажном фильтре "синяя лента".

Нижний предел измерения в хроматографируемом объеме 0,5 нг (ГЖХ), 1 мкг (ТСХ).

Нижний предел измерения в воздухе 0,001 мг/м^3 (ГЖХ),0,05 мг/м^3 (ТСХ),при отборе 150 л воздуха.

Диапазон измеряемых концентраций 0,001-0,04 (ГЖХ),0,05-0,25 (ТСХ).

Измерению не мешают другие фунгициды.

Суммарная погрешность измерения не превышает $\pm$ 20,0% ГЖХ и $\pm$ 25% ТСХ.

3. Реактивы, растворы и материалы

Диметоморф 95,6%-ный препарат.

Стандартный раствор диметоморфа с концентрацией 100 мг/мл готовят растворением 10,5мг препарата в ацетоне в мерной колбе на 100 мл. Раствор хранят в холодильнике. Годен к употреблению в течение 30 дней.

Рабочие растворы диметоморфа концентрации 2,5; 5,0; 10,0; 20,0мкг/мл готовят в градуированных пробирках вместимостью 10 мл соответствующим разбавлением ацетоном стандартного раствора. Хранят рабочие растворы диметоморфа в холодильнике. Годен к употреблению в течение 1-3 дней.

Натрия сульфат безводный, хч., ГОСТ 4166-76.

Ацетон, ч., ГОСТ 2603-79.

Гексан, ч., ТУ 6-06-3375-78.

Азот газообразный, ГОСТ 9293 74, в баллоне с редуктором.

Аммиак 25%-ный, ГОСТ 3760-74.

Бром-феноловый синий, чда., ТУ 6-99-3719-83.

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

Кислота уксусная, хч., ГОСТ 18290-75; 5%-ный водный раствор.

Серебро азотнокислое, чда, ГОСТ 1277-81.

Проявляющий реагент 1:

смесь растворов бромфенолового синего (БФС) и азотнокислого серебра. Готовят два раствора: 1. 0,5% водно-ацетоновый (1:3) раствор азотнокислого серебра. 2. 10 мл 0,05%-ного раствора бромфенолового синего в ацетоне. Раствор 2 разбавляют раствором 1 до объема 100 мл. Хранят проявляющий реактив в темном прохладном месте. Годен к употреблению в течение 3-5 дней.

Проявляющий реагент 2:

растворяют 0,5 г $AgNO_3$ в 5 мл дистиллированной воды, прибавляют 5-7 мл аммиака и доводят ацетоном до 100 мл. Хранят в темном месте.

Фильтры бумажные обеззоленные "синяя лента", диаметр 5-6 см, ТУ 6-09-1678-77.

Хромосорб 750 с 3% OV-17.

4. Приборы и посуда

Газовый хроматограф с детектором по захвату электронов.

Весы аналитические ВЛА-200М.

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.

Ваккумный водоструйный насос, ГОСТ 25336-82.

Колбы грушевидные, ГОСТ 25336-82, вместимостью 50-100 мл (для отгонки растворителя).

Холодильник, ГОСТ 25336-82.

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

Воронки лабораторные, диаметр 5-6 см, ГОСТ 25336-82.

Пипетки,ГОСТ 20292-74, на 1; 5; 10мл.

Воронки делительные,ГОСТ 25336-82, на 250 мл.

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

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 25336-82.

Скальпель.

Камера для хроматографирования, ГОСТ 25336-82.

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

Колба с тубусом, ГОСТ 25336-82.

Воронка Бюхнера, ГОСТ 9147-80.

Секундомер, ГОСТ 5072-79.

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

Фильтродержатель.

УФ лампа, типа ПРК-4 или аналогичная.

5. Отбор пробы воздуха

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

6. Подготовка к измерению

Пластинку "Силуфол" помещают в хроматографическую камеру, содержащую смесь растворителей ацетона-25%-аммиак в соотношении 7:3 /об/об/ глубина погружения пластинки в растворитель составляет 0,5 см. После подъема фронта растворителя до верхнего края пластинки ее вынимают из камеры, и выдерживают на воздухе до испарения растворителей. После этого пластинка готова к употреблению.

7. Проведение измерения

Бумажный фильтр, содержащий диметоморф (акробат) из фильтродержател

переносят в делительную воронку и заливают 15-20 мл. ацетона. Экстрагируют пестицид из фильтра в течение 10-15 мин. периодически перемешивая содержимое емкости. Экстракцию повторяют дважды свежими порциями ацетона, экстракты объединяют, отгоняют на ротационном испарителе досуха при температуре бани не выше 55°С. К сухому остатку пипеткой добавляют 1,5 мл ацетона.

8. Метод ТСХ

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

Пластинку помещают в хроматографическую камеру, куда за 10-15 мин. до хроматографирования наливают смесь растворителей: гексан-ацетон (1:1) в таком количестве, чтобы глубина погружения пластинки в растворителе составляла 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 азотнокислым серебром (проявляющий реагент 2) пластинку орошают до влажного состояния, выдерживают в вытяжном шкафу 15-20 мин. (до исчезновения запаха аммиака) и подвергают УФ-облучению в течении 10-15 мин. (нефильтрованные УФ-лучи лампа ПРК-4). Пластинку помещают на растоянии 20 см. от источника света. При наличии диметоморфа на хроматограмме проявляются пятна серо-черного цвета. После обработки пластинки бромфеноловым реагентом (проявляющий реагент 2) пластинку опрыскивают раствором лимонной (или уксусной) кислоты. О наличии диметоморфа в пробе свидетельствуют появление в этом случае синего пятна на желтом фоне. Величина $R_f = 0,5 \pm 0,2$.

9.Метод ГЖХ

Детектор постоянной скорости рекомбинации.

Колонка стеклянная - 1000 х 3 мм.

Твердый носитель - Хромосорб - 750.

Жидкая фаза - 3% ОУ-17.

Температура термостата колонки - 185^0С

детектора-250^0С

испарителя-200^0С.

Газ-носитель - азот особой чистоты.

Скорость движения диаграммной ленты - 60 мм/мин.

Скорость потока азота через колонку - 60 мл/мин.

Скорость потока через детектор - 150 мл/мин.

Рабочая шкала электрометра - 20.10^{-12}.

Время удерживания - 7 мин 30 сек.

Объем вводимой пробы -3-5 мкл.

Линейность детектирования 0,5-20,0 мкг.

10.Расчет концентрации

Концентрацию диметоморфа в мг/м^3 в воздухе вычисляют по формуле:

Тонкослойная хроматография

$$X=\frac{G \cdot V}{0,2 \cdot V_{20}}$$,где

G-количество диметоморфа в пятне пробы,найденное путем сравнения со стандартами,мкг;

V-окончательный объем экстракта пробы,мл;

0,2-обьем экстракта пробы,нанесенный на пластинку,мл;

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

Газожидкостное хроматографирование

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

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

$S_{ст}$-площадь пика стандарта,мм^2;

$G_{ст}$-содержание диметоморфа в стандарте,мкг/мл;

$V_{ст}$-обьем стандартного раствора,введенного в хроматограф,мкл;

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

V_1-общий обьем пробы,мл;

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

11.Требование безопасности

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

gost.e-ecolog.ru