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.
№ 6234-91

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТАРЦИЙ ТЕФЛУБЕНЗУРОНА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ

1. Краткая характеристика препарата.

Торговое наименование: Номолт.

Фирма: Цианамид (США).

Действующее вещество: тефлубензурон - 1-(3-5-дихлор-2,4-дифторфенил)-3-(2,6-дифторбензоил)-мочевина.



Эмпирическая формула: $C_{14}H_6Cl_2F_4N_2O_2$.

Молекулярная масса: 384.

Химически чистое соединение представляет собой белый кристаллический порошок без особого запаха с температурой плавления 222,5^0 С. Хорошо растворим в органических растворителях (хлороформ, ацетон, бензол и др.), растворимость в воде ограничена (0,02 мг/л). Стабилен по отношению к действию света и температуре. В воздухе может находиться в виде аэрозоля.

ОБУВ номолта в воздухе рабочей зоны не установлен.

Краткая токсикологическая характеристика.

Малотоксичен.
Острая оральная токсичность.
$ЛД_{50}$ для крыс и мышей - более 5000 мг/кг.
Острая дермальная токсичность.
$ЛД_{50}$ для крыс - более 2000 мг/кг.

Не раздражает кожу и глаза

Область применения препарата.

Номолт используется в качестве регулятора роста насекомых против личинок чешуекрылых, жесткокрылых и двукрылых. Рекомендован к применению на яблоне, виноградной лозе, персике, картофеле, сое, рисе, пшенице, хлопчатнике, кукурузе, овощных культурах.

Изготовляется в виде концентратов суспензий (50 и 150 г д.в./га) и концентрата эмульсии (50 г д.в./л).

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

2. Методика измерения концентраций тефлубензурона в воздухе рабочей зоны.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

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

2.1.2. Избирательность методики.

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

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

	Метрологические параметры					
Метод анализа	Предел обнаруж, мг/м³ .	Диапазон опред.конц. мг/м³ .	Среднее значение % обнаружен.	Стандарт-ное отклон. %	Доверит. интервал средн.%	Относит. станд.откл %
ГЖХ	0,04	0,04-0,8	98,5	± 2,78	± 1,3	± 2,82
ТСХ	0,04	0,04-0,4	89,6	± 8,83	± 3,64	± 9,92

2.2. Реактивы, растворы, материалы.

Тефлубензурон,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%-й водный раствор (по объему).
Калий марганцевокислый, х.ч., ГОСТ 20490-76, 3%-й водный раствор.
Калий йодистый, х.ч., ГОСТ 4232-74, 1%-й водный раствор.
Крахмал водорастворимый, х.ч., ГОСТ 10163-76, 3%-й водный раствор.
Фильтры бумажные обеззоленные "синяя лента", ТУ 6-09-1678-77, 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 5% ХЕ-60 (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.
Фильтродержатели (патроны).
Весы аналитические.
Хроматографическая колонка стеклянная длиною 2 м и внутренним диаметром 3 мм.
Секундомер, ГОСТ 5072-72.
Микропипетки на 0,1 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 № 1 с содержанием тефлубензурона 100 мкг/мл готовят растворением 10,0 мг вещества в ацетоне в мерной колбе на 100 мл.
Растворы, содержащие 20, 10, 1 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением раствора № 1. Хранят в холодильнике не более месяца.

2.5.3. Построение градуировочного графика.

Для количественного определения тефлубензурона методом ГЖХ строят градуировочный график методом абсолютной калибровки. Готовят серию стандартных растворов с содержанием 1-20 мкг/мл в ацетоне, 1 мкл каждого разведения вводят в хроматограф. По полученным данным строят график зависимости интенсивности пика от количества тефлубензурона.
Для определения тефлубензурона 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 линейности детектирования (1-10 мкг).

2.6. Описание определения.

Фильтр переносят в коническую колбу и экстрагируют тефлубензурон хлороформом трижды по 15-20 мл, периодически встряхивая. Объединенные экстракты сушат безводным сульфатом натрия и концентрируют на ротационном испарителе до объема 0,1-0,2 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 180° С; температура испарителя 230° С; температура детектора 190° 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 5% ХЕ-60 - 4 минуты 30 секунд.

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

Для определения тефлубензурона с помощью ТСХ экстракт после анализа методом ГЖХ концентрируют до объема 0,1-0,2 мл и количественно наносят на хроматографическую пластинку "Силуфол". Справа и слева от пробы наносят известные количества стандартного раствора тефлубензурона в пределах диапазона линейности.

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 оставляют пластинку на воздухе до полного удаления запаха хлора (около 15 минут) и обрабатывают из пульверизатора проявляющим реагентом (йод-крахмальный реактив). Зоны локализации номолта обнаруживаются в виде синих пятен на светлом фоне. Величина R_f составляет 0,4± 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 содержание тефлубензурона.

2.7. Обработка результатов анализа.

Концентрацию (С, мг/м³) тефлубензурона вычисляют по формуле:

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

где:
а - количество номолта, 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