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"

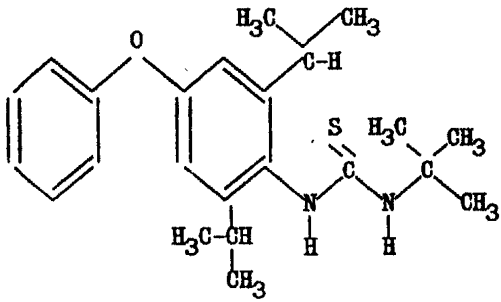
МИНИСТЕРСТВОМ ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

" 29" 07 1991г.

№ 62 54-91

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ДИАФЕНТИУРОНА (ПЕГАСА) В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Диафентиурон (пегас, CGA 106630) - препарат производства фирмы "Сиба-Гейги", кристаллическое вещество белого цвета, хорошо растворим в ацетонитриле.



$C_{23}H_{32}N_2OS$

М.м.384,59

Используется как несистемный инсектоакарицид. При применении может находиться в воздухе в виде аэрозоля.

Препарат необходимо хранить в закрытой заводской таре. Не допускать попадания солнечных лучей и влаги. Хранить при температуре не ниже $-5^{\circ}C$.

1. Характеристика метода

Метод основан на хроматографировании пегаса в тонком слое силикагеля после извлечения препарата из исследуемой пробы органическим растворителем, а также на получении фторпроизводного пегаса с последующим

Разработчики:Морару Л.Е.,Гиренко Д.Б.,ВНИИГИНТОКС,Киев.

его определением методом ГЖХ с использованием постоянной скорости рекомбинации.

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

Предел измерения в хроматографируемом объеме - 2 мкг (ТСХ), 2 нг (ГЖХ).

Предел измерения в воздухе - 0,02 мг/м^3 (при отборе 100 л воздуха для ТСХ) и 0,004 мг/м^3 (для ГЖХ).

Диапазон измеряемых концентраций - 0,02-0,15 мг/м^3 (ТСХ) и 0,004-0,015 мг/м^3 (ГЖХ).

Определению не мешают наполнители препарата.

Граница суммарной погрешности $\pm$25% (ТСХ), $\pm$21% (ГЖХ).

2.Реактивы,растворы,материалы

К методу ГЖХ

Азот газообразный,ГОСТ 9223-74,из баллона с редуктором.

Воздух,ГОСТ 9010-80,из баллона с редуктором.

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

Гептафтормасляный ангидрид,ч., ТУ 6-09-40-2571-87.

К методу ТСХ

Ацетон,ч.,ГОСТ 2603-79.

Ацетонитрил,ч.,ТУ 6-09-3534-87.

Гексан,ч.,ТУ 6-09-3375-78.

Хлороформ,ч.,ГОСТ 20015-77.

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

Бромфеноловый синий,ч.,ТУ 6-09-1058-71.

Нитрат серебра,ч.,ГОСТ 1277-81.

Лимонная кислота,осч.,ГОСТ 908-79,2%-ный раствор.

Пластинки "силуфол" (Хемапол,ЧССР).

Проявляющий реактив.Раствор А:100 мг бромфенолового синего растворяют в 10 мл ацетона.

Раствор Б:1 г нитрата серебра растворяют в 40 мл воды и прибавляют 120 мл ацетона.

Растворы А иБ сливают в мерную колбу на 200 мл и доводят ацетоном до метки.После обработки БФС,пластинку обесцвечивают 2% раствором лимонной кислоты.

Основной стандартный раствор диафентиурона,содержащий 1000 мкг/мл, готовят растворением 100 мг препарата в мерной колбе на 100 мл ацетонитрилом.Хранят в холодильнике в течение 2-х месяцев.

Стандартный раствор фторпроизводного диафентиурона,содержащий 1 мкг/мл,готовят следующим образом:10 мкл основного стандартного раствора,содержащего 10 мкг пегаса,переносят в мерную пробирку и прибавляют 10 мкл гептафторомасляного ангидрида и оставляют на 1 час.По истечении времени избыток отдувают в токе сжатого воздуха.Сухой остаток разбавляют в 10 мл гексана.

3.Приборы и посуда

Газовый хроматограф с детектором постоянной скорости рекомбинации.

Колонка стеклянная,1000 х 3 мм.

Микрошприц на 10 мкл МШ-10,ТУ 2.833.106.

Электроаспиратор для отбора проб воздуха.ТУ 64-1-862477.

Ротационный испаритель ИР-1М,ТУ 26-11-917-77,с набором колб.

Посуда лабораторная по ГОСТ 1770-74,ГОСТ 25336-82.

Пульверизатор стеклянный,ГОСТ 25336-82.

Секундомер.Фильтродержатели.

4.Отбор пробы воздуха

Исследуемый воздух со скоростью 5 л/мин аспирируют через фильтр "синяя лента",помещенный в фильтродержатель,в течение 20 мин.Рекомендуется отобрать три параллельные пробы.

5.Проведение измерения

Метод ГЖХ

Фильтр переносят в коническую колбу,заливают 15-20 мл ацетонитрила и встряхивают 30 мин.Экстракцию повторяют еще раз.Объединенный ацетонитрильный экстракт сушат безводным сульфатом натрия,переносят в колбу для упаривания с оттянутым концом и упаривают растворитель на ротационном испарителе при температуре бани 60^{0}С до 0,1 мл и прибавляют 10 мкл гептафторомасляного ангидрида.Через 1 час избыток реагента оттувают в токе сжатого воздуха,разбавляют 1-2 мл гексана и аликвоту 5 мкл вводят в хроматограф.

Условия хроматографирования

Газовый хроматограф с ДЭЗ.

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

Колонка стеклянная,1000 х 3 мм.

Скорость газа-носителя азота - 50 мл/мин.

Шкала электрометра - 20 х 10^{-12}А.

Температура колонки -170^{0}С.

Температура испарителя - 240^{0}С.

Температура детектора - 240^{0}С.

Вводимый объем - 5 мкл.

Линейный диапазон детектирования - 2-10 нг.

Минимально детектируемое количество - 2 нг.

Время удерживания при указанных условиях - 4 мин.

Расчет концентрации препарата X мг/м^3 в воздухе проводят по формуле:

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

G-количество диафентиурона (стандартный раствор),введенного в хроматограф,мкг;

$h_{ст}$-высота пика стандартного раствора,мм;

$h_{пр}$-высота пика диафентиурона в исследуемой пробе,мм;

V-объем пробы,взятой для хроматографирования,мкл;

$V_{общ}$-общий объем экстракта,мл;

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

Метод ТСХ

Фильтр переносят в коническую колбу,заливают 15-20 мл ацетонитрила и встряхивают в течение 30 мин.Экстракцию повторяют еще раз.Объединенный ацетонитрильный экстракт сушат безводным сульфатом натрия,концентрируют до 0,1-0,2 мл и наносят на хроматографическую пластинку "силуфол",предварительно промытую в камере с ацетоном.Центр пятна должен быть на расстоянии 2 см от нижнего края пластинки.Колбу с экстрактом смывают 2-3 раза ацетонитрилом,который также наносят в центр первого пятна.Справа и слева от пробы наносят стандартные растворы пестицидов,содержащие 2;5 и 10 мкг препарата.Пластинку с нанесенными растворами помещают в хроматографическую камеру,в которую залита смесь гексан:ацетон (1:2).После поднятия фронта растворителей на 10 см пластинку вынимают и оставляют на несколько минут на воздухе для испарения растворителей.После этого плас-

тинку обрабатывают из пульверизатора раствором бромфенолового синего, а затем обесцвечивают 2%-ным раствором лимонной кислоты. Препарат проявляется в виде пятен сине-бурого цвета на желтом фоне с R_f $0,5^{\pm}$ 0,05.

Количество препарата в пробе определяют сравнением интенсивности окраски и площади пятен пробы и стандартного раствора.

Измерение площади проводится с помощью миллиметровой бумаги. Строится калибровочный график зависимости между количеством препарата в мкг от площади пятна. Прямолинейная зависимость между площадью пятна и содержанием препарата в пятне соблюдается в интервале 2-10 мкг. Если содержание препарата в пробе превышает верхнюю границу диапазона (10 мкг), то для нанесения на пластинку необходимо брать аликвотную часть экстракта параллельной пробы.

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

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

G-количество препарата, найденное в хроматографируемом объеме, мкг;

$V_{общ}$-общий объем пробы, мл;

V-объем пробы, взятый для хроматографирования, мл;

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

6. Требования безопасности

Необходимо соблюдать общепринятые правила техники безопасности при работе с органическими растворителями и токсическими веществами.

gost.e-ecolog.ru