МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

Том 2

gost.e-ecolog.ru

СПРАВОЧНИК

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

В ДВУХ ТОМАХ

Том **2**

МОСКВА ВО «АГРОПРОМИЗДАТ» 1992

Утверждено 08.06.87 № 4358—87

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ 1-КАРБАМОИЛ-3[5]-МЕТИЛПИРАЗОЛА И 3[5]-МЕТИЛПИРАЗОЛА В ВОЗДУХЕ ПРИ ИХ СОВМЕСТНОМ ПРИСУТСТВИИ МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ*

Краткая характеристика препарата. 1-Карбамоил-3(5)-метилпиразол (КМП) — ингибитор нитрификации (см. с. 506, т. 1). В воздухе может находиться в виде аэрозоля. В воздухе рабочей зоны ОБУВ КМП 0,5 мг/м³.

3(5)-Метилпиразол (МП) — продукт разложения КМП. Легколетуч, давление пара при 25 °С 27 Па. В воздухе может находиться в виде паров и аэрозоля. В воздухе рабочей зоны ОБУВ МП 0,5 мг/м³.

Принцип метода. Определение основано на хроматографировании анализируемых соединений в тонком слое пластинок «Силуфол» с последующим обнаружением зон локализации препаратов путем обработки реактивом Паули после предварительного облучения УФ-светом. Отбор проб проводят с концентрированием (бумажный фильтр «синяя лента», пенополиуретан эластичный).

Метрологическая характеристика метода. Предел измерения в воздухе МП 0,04 мг/м³, КМП — 0,06 мг/м³ (при отборе 25 л воздуха). Предел определения в анализируемом объеме пробы 1 мкг для МП и 1,5 мкг для КМП. Диапазон измеряемых концентраций МП 0,04—0,8 мг/м³, КМП — 0,06—0,8 мг/м³. Среднее значение процента обнаружения 94,5. Доверительный интервал среднего результата при $p=0,95$ и $n=5$ равен $\pm 1,95$. Граница суммарной погрешности измерения $\pm 17,45\%$ для МП и $\pm 18,32\%$ для КМП.

Избирательность метода. Определению не мешают соединения, близкие по структуре и области применения, такие, как нитрапирин, 6-хлорпиколиновая кислота, аминотриазол (АТГ).

Реактивы и растворы. 1-Карбамоил-3(5)-метилпиразол х. ч. 3(5)-Метилпиразол х. ч. Хлороформ х. ч. Ацетон х. ч. *н*-Гексан х. ч. Сульфаниловая

---

* Разработаны Ю. А. Бунятяном, М. С. Петросян (Филиал ВНИИГИНТОКС).

кислота безводная ч. д. а. Гидроксид калия х. ч., 10%-ный водный раствор. Гидроксид натрия х. ч., 15%-ный водный раствор. Хлороводородная кислота х. ч. концентрированная. Нитрит натрия х. ч., 10%-ный водный раствор. Перманганат калия х. ч., 3%-ный водный раствор. Иодид калия х. ч., 1%-ный водный раствор. Крахмал растворимый х. ч., 3%-ный водный раствор. Дистиллированная вода. Безводный сульфат натрия х. ч. Пенополиуретан (ППУ) эластичный, бесцветный, очищенный ацетоном (12 ч) и хлороформом (36—48 ч в аппарате Сокслета), кусочки размером 3—5 мм. Фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента», предварительно промытые смесью хлороформ — ацетон — эфир (1 : 1 : 1) и высушенные. Подвижная фаза гексан — ацетон (1 : 1); альтернативная — хлороформ — ацетон (2 : 1). Стандартные растворы КМП и МП, содержащие 10, 50, 100 мкг/мл.

Приборы, аппаратура, посуда. Аспирационное устройство. Фильтродержатели. Ротационный вакуумный испаритель с набором колб. Аппарат Сокслета. Поглотительные трубки гофрированные, стеклянные длиной 7—10 см, наполненные 0,5 г ППУ (кусочки размером 3—5 мм). Воронки лабораторные. Колбы: конические на 50, 100 мл; круглодонные со шлифом на 100, 150 мл. Пластинки хроматографические «Силуфол» $УФ_{254}$ размером 15×15 см. Камера хроматографическая. Камера для хлорирования (эксикатор) на 2, 3 л. Пульверизатор стеклянный. Ртутно-кварцевая лампа ПРК-4 или ПРК-2.

Подготовка к определению. Приготовление проявляющих реагентов. 1. Диазотированная сульфаниловая кислота (реактив Паули). Сульфаниловую кислоту (5 г) растворяют в 25 мл 10%-ного раствора гидроксида калия. Охлажденный раствор смешивают с 25 мл 10%-ного раствора нитрата натрия. Этот раствор по каплям при перемешивании прибавляют к охлажденной льдом хлороводородной кислоте (40 мл хлороводородной кислоты + 20 мл дистиллированной воды). Выпавший осадок отмывают на воронке Бюхнера этиловым спиртом и сушат на фильтре. При хранении в темной склянке в холодильнике соль устойчива 3 мес. Для опрыскивания пластин непосредственно перед употреблением готовят 1,5%-ный раствор диазониевой соли в 15%-ном растворе гидроксида натрия.

2. N-галогенирование — иодкрахмальный реагент. Раствор для хлорирования. Смешивают равные объемы 3%-ного раствора перманганата калия и 12%-ного раствора хлороводородной кислоты, фильтруют через бумажный фильтр, хранят в холодильнике. Смесь готовят непосредственно перед употреблением. Проявляющий реагент *а* — 1%-ный раствор иодида калия; реагент *б* — 3%-ный раствор крахмала. Непосредственно перед употреблением смешивают растворы *а*, *б* и этиловый спирт в соотношении 2,5 : 2,5 : 1. Перед опрыскиванием пластинку на 3—5 мин помещают в эксикатор, содержащий раствор для хлорирования, после чего оставляют на воздухе до удаления паров хлора (около 15 мин) и обрабатывают проявляющим реагентом.

Отбор проб воздуха. Исследуемый воздух со скоростью 5 л/мин аспирируют через последовательно соединенные фильтр «синяя лента», помещенный в фильтродержатель, и 2 поглотительные трубки с ППУ. Для определения $^1/_2$ ОБУВ достаточно отобрать 6 л воздуха. Пробы необходимо анализировать сразу.

Ход анализа. Фильтр помещают в коническую колбу и заливают 10—15 мл хлороформа, закрывают притертой пробкой, встряхивают и оставляют на 30 мин. Из первой и второй поглотительных трубок ППУ помещают в две разные колбы, приливают в каждую 25 мл хлороформа, закрывают пробками и оставляют на 15 мин при периодическом встряхивании. Экстракт с фильтра и с ППУ обеих поглотительных трубок сливают в колбу ротационного испарителя через слой безводного сульфата натрия. Фильтр и ППУ дважды промывают 5—10 мл хлороформа, тщательно отжимая при этом. Объединенные экстракты упаривают на ротационном испарителе при темпе-

ратуре бани не выше 30 °С до объема 0,1—0,2 мл. Остаток количественно наносят на хроматографическую пластинку.

Условия хроматографирования. Справа и слева от пробы наносят на хроматографическую пластинку стандартные растворы КМП и МП (в одну точку), содержащие 1, 3, 5, 7 и 10 мкг соединений. Пластинку помещают в хроматографическую камеру со смесью гексан — ацетон (1 : 1). После поднятия фронта растворителя на 10 см пластинку вынимают из камеры и оставляют на воздухе для испарения подвижного растворителя. После этого пластинку подвергают УФ-облучению в течение 40—45 мин и обрабатывают из пульверизатора рабочим раствором реактива Паули (на одну пластинку расходуется 1,5—2 мл реактива). Зоны локализации КМП и МП обнаруживаются в виде красных пятен на белом фоне. Окраска пятен МП устойчива в течение нескольких дней, а КМП — 5—10 мин. Величина R_f для КМП — 0,8±0,02; для МП — 0,5±0,02. Альтернативные условия хроматографирования: подвижная фаза хлороформ — ацетон (2 : 1), УФ-облучение в течение 45 мин. Затем пластинку помещают в камеру с хлорирующей смесью на 3—5 мин и проявляют иодкрахмальным реагентом.

Обработка результатов анализа. Количество препарата в пробе определяют, сравнивая интенсивность окраски и площади пятен пробы и стандартного раствора. Линейность детектирования соблюдается для КМП в интервале 1—20 мкг, а МП — 0,5—20 мкг. Концентрацию препарата в воздухе (X, мг/м^3) вычисляют по формуле

$$X = \frac{G}{V_{20}},$$

где G — количество препарата, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг; V_{20} — объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

Требования техники безопасности. Соблюдать все необходимые требования безопасности при работе в химических лабораториях.

gost.e-ecolog.ru