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 1991г.
№ 6178–91

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ N-ОКИСИ-2,6-ЛУТИДИНА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ МЕТОДАМИ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ И ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

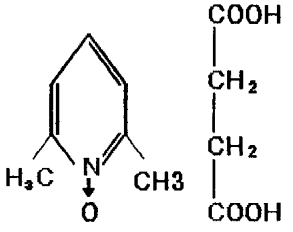
1.Краткая характеристика препарата.

Торговое название: Люцис.

Люцис–композиционная смесь комплекса N–окиси–2,6–лутидина и янтарной кислоты с молибденовокислым аммонием в соотношении 99:1 соответственно.

Производитель:Молдова.

Структурная формула комплекса N–оксида–2,6–лутидина с янтарной кислотой:



М.М. 241,24

Эмпирическая формула:$C_{11}H_{15}NO_5$

Содержание основного вещества–99,8%.

Растворимость–легкорастворим в воде,спирте.

Молибденовый аммоний по структурной формуле:$(NH_4)_6Mo_7O_{24}\cdot 4H_2O$
М.м. 1236,0.

Эмпирическая формула:$H_{32}N_6O_{28}Mo_7$.

Содержание основного вещества–99,9%.

Растворимость–вода.

ОБУВ в воздухе рабочей зоны–0,8мг/м³

Препарат–люцис–новый регулятор роста растений.

Рекомендован для применения по вегетирующим культурам на люцерне при норме расхода 3г/га.

2. Методика измерения концентраций люциса в воздухе рабочей зоны методами газожидкостной и тонкослойной хроматографии.

2.1. Основные положения.

Разработчики:Гиренко Д.Б.,Рева Н.И.,Шмигидина А.М., УкрНИИГИНТОКС г.Киев.

2.1.1. Принцип метода.

Метод основан на отборе проб воздуха с концентрированием на бумажный фильтр "синяя лента", извлечении препарата с фильтра подщелоченной дистиллированной водой и получении N–окси–2,6– диметилпиридина, экстрагированием последнего бензолом и последующем определении газожидкостной или тонкослойной хроматографией.

2.1.2 Метрологическая характеристика метода.

№	Метод определения	Диапазон определяемых концентраций ,мг/м³	Предел обнаружения ,мг/м³	Среднее значение определения,%	Граница суммарной погрешности %
1.	ГЖХ	0,002–0,02	0,002	85	±10%
2.	ТСХ	0,05–0,5	0,05	80	±14%

2.2. Реактивы и материалы

Люцис, 99,9%–ный препарат.
Гидроксид натрия, хч., ГОСТ 4328–77.
Натрия сульфат безводный, хч., ГОСТ 4166–76.
Бензол, ГОСТ 5955–81.
Азот газообразный, ГОСТ 9283–74, в баллоне с редуктором.
Ацетон, ч., ГОСТ 2603–79.
Уксусная кислота, ГОСТ 18290–72.
Иод кристаллический, чда, ГОСТ 4139–79.
Крахмал, ГОСТ 10163–76.
Аммиак 25%–ный, ГОСТ 3760–74.
Фильтры бумажные обеззоленные "синяя лента", диаметр 5,5–6,0,ТУ 6–09–1678–77.

2.3. Посуда и приборы

Газовый хроматограф с детектором постоянной скорости рекомбинации
Аспирационное устройство, ТУ 64–1–862–77.
Весы аналитические ВЛА–200М.
Фильтродержатели .
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.
Вакуумный водоструйный насос, ГОСТ 10396–75.
Колбы грушевидные, вместимостью 50–100 мл (для отгонки растворителя), ГОСТ 10394–72.
Холодильник, ГОСТ 25336–82.
Колбы мерные, цилиндры, мензурки, пробирки, ГОСТ 1770-74.
Воронки лабораторные, диаметр 50 мм, ГОСТ 8613–75.
Пипетки на 1; 5; 10; мл, ГОСТ 20292–74.
Воронки делительные на 250 мл, ГОСТ 8613–75.
Микропипетки на 0,1; 0,2; ГОСТ 20292–74.
Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 10391–74.
Скальпель.
Камера для хроматографирования, ГОСТ 10565–75.

Камера для опрыскивания пластинок, ТУ 25–11–430–70.
Колба с тубусом, ГОСТ 25336–82.
Воронка Брюхнера, ГОСТ 9147–80.
Секундомер, ГОСТ 5072–79.
Лампа ртутно–кварцевая, ПРК–4, ТУ 16–536–280–74.

2.4. Отбор проб.

Воздух со скоростью 2-5 л/мин аспирируют через бумажный фильтр "синяя лента", закреплённый в фильтродержателе. Продолжительность отбора пробы–30мин. Длительность хранения проб в стеклянной таре в затемнённом от света месте не более 5-ти суток.

2.5. Подготовка к определению.

2.5.1. Приготовление стандартного раствора N–окиси–2,6–диметил-пиридина.

В делительную воронку помещают 100 мл дистиллированной воды,прибавляют 50 мг препарата люцис, подщелачивают до pH–8–9 и экстрагируют полученный раствор бензолом трижды по 25–30мл. Экстракты объединяют и фильтруют через б/в сульфат натрия в колбу для отгонки растворителя. Растворитель отгоняют до исчезновения запаха бензола. Затем 10мг полученного остатка N–окси–2,6– диметилпиридина помещают в мерную колбу на 100мл, доводят ацетоном до метки. Получают раствор с концентрацией 100 мгк/мл. Годен к употреблению в течение 30 дней.

Рабочие растворы препарата с концентрацией 2,5;5,0;10,0 мкг/мл готовят в градуированных пробирках с пришлифованной пробкой, вместимостью 10 мл соответствующим разбавлением ацетоном стандартного раствора. Хранят рабочие растворы в холодильнике. Годен к употреблению в течение 30 дней.

2.5.2. Приготовление растворов, проявляющих реактивов, пластинок.

2.5.2.1. Раствор иода в хлороформе.

2,0 г кристаллического йода растворяют в 5 мл хлороформа, затем доводят объём жидкости до 100 мл хлороформом. Раствор хранят в холодильнике в затемненном месте.

2.5.2.2. Раствор крахмала.

1,0 г крахмала растворяют в 100 мл дистиллированной воды, доводят до кипения, охлаждают, используют свежеприготовленный раствор.

2.5.2.3. Подготовка пластин "Силуфол".

Пластину "Силуфол" помещают в хроматографическую камеру, содержащую смесь растворителей ацетон 25%-аммиак в соотношении 7:3 (об/об).

Глубина погружения пластинки в растворитель составляет 0,5см.

После подъёма фронта растворителя до верхнего конца пластинки её вынимают из камеры и выдерживают на воздухе до испарения растворителей. После этого пластинка готова к употреблению. Хранят подготовленные пластинки в эксикаторе над слоем осушителя.

2.6. Проведение определения.

2.6.1. Подготовка пробы к анализу.

Бумажный фильтр, содержащий люцис, из фильтродержателя переносят в делительную воронку и заливают 15-20мл дистиллированной воды. Экстрагируют препарат из фильтра в течение 10-15мин периодически перемешивая содержимое ёмкости. Экстракцию повторяют дважды свежими порциями дистиллированной воды. Объединённый экстракт помещают в делительную воронку,подщелачивают до pH8-9 и трижды экстрагируют бензолом по 25-30мл. Объединённый экстракт фильтруют через безводный сульфат натрия и упаривают на ротационном испарителе при температуре 60°С до объёма 1,0-1,5мл. Остаток растворителя испаряют в токе сжатого воздуха. Сухой остаток в колбе растворяют в 1 мл ацетона.

2.6.2. Условия хроматографирования.

2.6.2.1. Газохроматографический метод.

Детектор постоянной скорости рекомбинации.
Колонка стеклянная - 1000х3мм.
Твёрдый носитель -Хромосорб-750.
Жидкая фаза -3% OV-17.
Температура термостата колонки - 175°С
детектора - 180°С
испарителя - 200°С.
Газ носитель - азот особой чистоты.
Скорость движения диаграммной ленты - 240мм/час.
Скорость потока азота через колонку - 60мл/мин
детектор - 150мл/мин.
Рабочая шкала электрометра - $20 \cdot 10^{-12}$а.
Время удерживания люциса - 12мин 40сек.
Объём вводимой пробы - 3-5мкл.

2.6.2.2. Метод тонкослойной хроматографии.

0,2мл полученного раствора наносят микропипеткой на очищенную пластинку "силуфол". Рядом с пробой наносят по 0,2 мл каждого рабочего раствора N-окиси-2,6-диметилпиридина, 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: бензол-уксусная кислота (1:1,5) в таком количестве, чтобы глубина погружения пластинки в растворитель составляла 0,5мл. После подъёма фронта растворителя от линии старта на высоту 10мл хроматографирование прекращают. Пластинку выдерживают в вытяжном шкафу до испарения растворителей и подвергают УФ-облучению в течение 10мин. После чего пластинку орошают 2% раствором иода в хлороформе, затем высушивают на воздухе и проявляют 1% водным раствором крахмала. Препарат проявляется в виде синих пятен на белом фоне с величиной $R_f=0,6\pm0,02$.
Минимально-детектируемое количество-1мкг.

2.7. Обработка результатов анализа.

2.7.1. Газохроматографический метод.

Для количественного анализа измеряют площадь пиков проб и стандартных растворов. Содержание люциса в воздухе рабочей зоны расчитывают по формуле:

$$X=\frac{G \cdot Sпр \cdot V_1 \cdot 2,1}{Sст \cdot V \cdot V_{20}}$$

где:
X-содержание препарата люцис в воздухе рабочей зоны, мг/м^3;
G-содержание люциса в стандарте, мкг;
Sпр-площадь пика анализируемой пробы, мм^2
V_1-общий объём пробы, мл;
Sст-площадь пика стандартного раствора, мм^2
V-объём хроматографируемой пробы, мл;
V_{20}-объём воздуха, отобранный для анализа и приведённый к стандартным условиям;
2,1-коэфициент пересчёта на люцис.

2.7.2. Тонкослойная хроматография.

$$X=\frac{G \cdot V \cdot 2,1}{V_{20} \cdot 0,2}$$

где:

X-концентрация люциса в воздухе рабочей зоны, мг/м^3;
G-количество препарата в пятне пробы, путём сравнения со стандартами, мкг;
V-окончательный объём экстракта пробы, мл;
0,2-объём экстракта пробы, нанесённой на пластинку, мл;
V_{20}-объём пробы воздуха, отобранный для анализа и приведённый к нормальным условиям, л;
6,1-коэффициент пересчёта на люцис;

3.Требования 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 (отделениях, отделах), санитарно-эпидемиологических учреждений системы МЗ СССР (№ 2455-81 от 20.10.81).

gost.e-ecolog.ru