

**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 № 21
Часть 2-ая**

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

**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 № 21
Часть 2-ая**

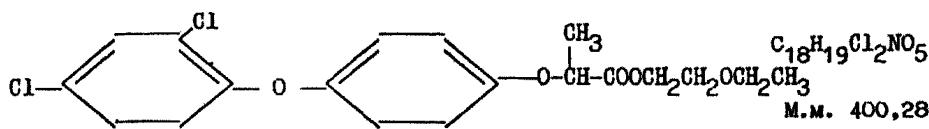
**МОСКВА
ЦЕНТР НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ИНФОРМАЦИИ,
ПРОПАГАНДЫ И РЕКЛАМЫ
1994 г.**

Утверждено Министерством
здравоохранения ССР
" 29 "июля 1991 г
№ 6085-91

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ
ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ КЕНТАВРА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

1. Краткая характеристика препарата

Действующее вещество - этиоксиятиловый эфир 2-/4-(3,5-дихлорпиридилил-
2-окси)фенокси/пропановой кислоты



Химически чистое соединение – кристаллическое вещество коричневого цвета с характерным запахом. Тплв. $-68\text{--}69^{\circ}\text{C}$. Препарат нерастворим в воде, ограничено растворим в этиловом спирте, хорошо растворим в ацетоне, ксиоле, хлороформе. Выпускается в виде 20% к.в.

ДОК, ПДК, МДУ кентавра в настоящее время не установлены.

2. Методика определения кентавра в воздухе рабочей зоны.

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Определение основано на анализе кентавра методом тонкослойной хроматографии, заключающемся в хроматографировании пробы в тонком слое пластина "Силуфол" и обнаружении соединения по реакции с азотнокислым серебром или бромфеноловым реагентом.

Отбор проб воздуха производится с концентрированием.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода

Диапазон определяемых концентраций $0,02\text{--}0,15 \text{ мг}/\text{м}^3$

Разработчики: Н.И.Рева, А.М.Шмигидина, ВНИИГИТОКС , г.Киев.

Предел обнаружения-0,5 мкг

Размах варьирования 70-80%

Среднее значение определения стандартных количеств кентавра-80,0%

Относительное стандартное отклонение среднего -7,1%

2.2.Реактивы и материалы

Кентавр (ВНИИХСЗР),90%.

Хлороформ,хч.,ГОСТ 20015-74.

Ацетон,чда.,ГОСТ 2603-79.

Гексан,хч.,ТУ 6-09-3375-78.

Этилацетат,хч.,ГОСТ 22300-76.

Кислота уксусная,хч.,ГОСТ 18290-72,5%-ный водный раствор.

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

Аммиак водный,чда.,ГОСТ 3760-79.

Серебро азотнокислое,чда.,ГОСТ 1277-81.

Бромфеноловый синий,чда.,ТУ 6-09-3719-83.

Натрий сернокислый безводный,чда.,ГОСТ 4166-76.

Вода дистиллированная,ГОСТ 7602-76.

Пластинки "Силуфол" (ЧССР).

Фильтры бумажные беззолльные "синяя лента",ТУ 6-09-1678-77,
диаметр 5,5-6,0 см.

Вата гигроскопическая.

2.3.Приборы,посуда

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

Весы аналитические ВЛА-200М.

Фильтродержатели.

Испаритель ротационный ИР-1М,ТУ 25-11-917-76.

Холодильник бытовой.

Шкаф электрический сушильный,ТУ 64-1-1411-72.

Баня водяная,ТУ 64-1-285u-76.

Вакуумный водоструйный насос, ГОСТ 10396-75.

Колбы грушевидные, ГОСТ 25336-82, вместимостью 50-100 мл.

Холодильник, ГОСТ 25336-82.

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

Колбы конические плоскодонные, ГОСТ 25336-82.

Воронки лабораторные, диаметр 56 мм, ГОСТ 25336-82.

Пипетки, ГОСТ 20292-74, на 1,5,10 мл.

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

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

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 25336-82.

Скальпель.

Камера для хроматографирования, ГОСТ 25336-82.

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

Фильтродержатели.

Поглотители, ТУ 25-11-1081-75.

Колба с тубусом, ГОСТ 25336-82.

Воронка Бихнера, ГОСТ 9147-80

Секундомер, ГОСТ 5072-79.

2.4. Отбор проб

Воздух со скоростью 5 л/мин аспирируют через фильтр "синяя лента", закрепленный в фильтродержателе. Продолжительность отбора пробы - 30 мин.

Длительность хранения проб в стеклянной таре в защищенном от света месте не более 5-ти суток.

2.5. Подготовка к определению

2.5.1. Приготовление стандартного раствора кентавра

10,2 мг (98%-ный препарат) кентавра помещают в мерную колбу на 100 мл, доводят ацетоном до метки. Получают раствор с концентрацией 100 мкг/мл.

Годен к употреблению в течение 30 дней.

Рабочие растворы кентавра с концентрацией 2,5; 5,0; 10,0 мкг/мл готов-

вят в градуированных пробирках с притягиванной пробкой вместимостью 10 мл соответствующим разбавлением ацетоном стандартного раствора. Хранят рабочие растворы в холодильнике. Годен к употреблению 3-5 дней.

2.5.2. Приготовление растворов проявляющих реагентов, пластинок

1. Раствор азотнокислого серебра в аммиаке и ацетоне.

0,5 г азотнокислого серебра растворяют в 5 мл дистиллированной воды, добавляют 12-15 мл аммиака (плотность 0,9 г/см³) и доводят объем жидкости до 100 мл ацетоном. Раствор хранят на холоде в затемненном месте. Срок хранения 7-10 дней.

2. Бромфеноловый реагент

Готовят два раствора. 1. 0,5%-ный 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. Годен к употреблению в течение 5-7 дней. После обработки пластинки бромфеноловым реагентом осветляют фон обработкой слоя сорбента свежеприготовленным 2%-ным водным раствором лимонной кислоты или 5%-ным водным раствором уксусной кислоты.

3. Подготовка пластин "Силуфол"

Пластинку "Силуфол" помещают в хроматографическую камеру, содержащую смесь растворителей ацетон-25%-ный аммиак в соотношении 7:3 (об/об). Глубина погружения пластинки в растворитель составляет 0,5 см. После подъема фронта растворителя до верхнего конца пластинки ее 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 кентавр, из фильтродержателя переносят в химический стакан или коническую колбу и заливают 10-15 мл хлороформа.

Экстрагируют пестицид из фильтра в течение 10-15 мин, периодически перемешивая содержимое емкости. Полученный экстракт фильтруют через очищенный безводный сульфат натрия в грушевидную колбу для отгонки растворителя. Экстракцию фильтра повторяют дважды свежими порциями хлороформа, экстракты объединяют в грушевидной колбе. Растворитель испаряют при температуре 60-63⁰С до объема 1,0-1,5 мл. Остаток растворителя испаряют в токе сжатого воздуха при комнатной температуре.

2.6.2.Хроматографирование

Сухой остаток в колбе растворяют в 1 мл ацетона, закрывают колбу герметично пробкой, перемешивают содержимое, оставляют стоять на 5-7 мин и 0,2 мл полученного раствора наносят микропипеткой на очищенную пластинку "Силуфол". Рядом с пробой наносят по 0,2 мл каждого рабочего раствора кентавра, 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 (4:1) (смесь 1) либо гексан-стилацетат (4:1) (смесь 2) в таком количестве, чтобы глубина погружения пластинки в растворитель 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 аммиакатом серебра пластинку орошают до влажного состояния, выдерживают в вытяжном шкафу 15-20 мин (до исчезновения запаха аммиака) и подвергают УФ-облучению в течение 10-15 мин (нефильтрованные УФ-лучи, лампа ПРК-4). Пластинку помещают на расстоянии 20 см от источника света. При наличии кентавра на хроматограмме проявляются пятна серо-черного цвета. После обработки пластинки бромфеноловым реагентом пластинку опрыскивают раствором лимонной (или уксусной) кислоты. О наличии кентавра в пробе свидетельствует появление в этом случае серо-синего пятна на желтом фоне. Величины R_f кентавра в указан-

ных подвижных растворителях следующие:

гексан-ацетон (4:1) - величина R_f 0,44

гексан-этилацетат (4:1) величина R_f 0,40

Примечание. При содержании кентавра в пробе больше 0,02 мг после испарения хлороформа сухой остаток в колбе растворяют в 2 мл ацетона и анализируют как указано выше.

Количественная оценка проводится путем сравнения площадей и интенсивности окраски пятен пробы и рабочих растворов.

2.6.3. Обработка результатов анализа

Содержание кентавра в анализируемой пробе рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{J \cdot V}{V_{\text{ст}} \cdot V_1}, \text{ где}$$

X - концентрация кентавра в воздухе, $\text{мг}/\text{м}^3$,

J - количество кентавра в пятне пробы, найденное путем сравнения со стандартами, мкг,

V - окончательный объем экстракта пробы, мл,

V_1 - объем экстракта пробы, нанесенный на пластинку, мл,

$V_{\text{ст}}$ - объем пробы воздуха (л), отобранный для анализа и приведенный к нормальным условиям в соответствии с ГОСТ 12.1.006-76

$V_{\text{ст}}$ рассчитывают по формуле:

$$V_{\text{ст}} = \frac{V_t \cdot 293 \cdot P}{(273 + t) \cdot 760}, \text{ где}$$

V_t - отобранный объем воздуха при температуре t в месте отбора пробы, л,

P - атмосферное давление, мм рт.ст.

t - температура воздуха в месте отбора пробы воздуха, $^{\circ}\text{C}$.

3. Требования безопасности

Следует соблюдать все необходимые требования безопасности, рекомендуемые при работе в химических лабораториях.