

**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**

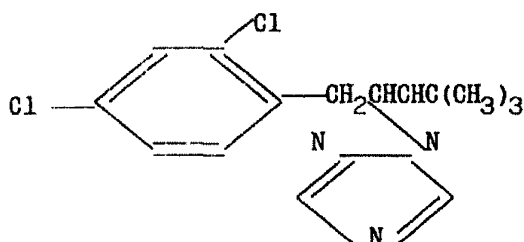
**Сборник № 21
Часть 2-ая**

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

Утверждено Министерством
здравоохранения СССР
26 февраля 1991 г.
№ 5325-91

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ
КОНЦЕНТРАЦИЙ ВИДЖИЛА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Виджил (дихлорбутиразол) -1-(2,4 дихлорфенил)-4,4 диметил-2 (1,2,4,- триазоллил-1) пентанол



$C_{15}H_{19}Cl_2N_3O$
М.м. 328,3

Белое кристаллическое вещество. Т пл. 140-143⁰С. Растворим в метаноле, ацетоне, этаноле, хлороформе, растворимость в воде при 20⁰С 9 мг/л.

ЛД₅₀ для крыс - 5000 мг/кг. Используется в качестве системного фунгицида против мучнистой росы и ржавчины зерновых культур, против парши садовых культур.

Характеристика метода

Метод основан на определении виджила хроматографическими методами (ГЖХ, ТСХ) после концентрирования из воздуха.

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

Предел измерения в анализируемом объеме методом ГЖХ-00, 01 нг,

Предел измерения ТСХ- 2 мкг.

Разработчики: Д.Б.Гиренко, Л.Е.Морару, ВНИИГИНТОКС, Киев.
Т.М.Петрова, Т.Ф.Блинова, ВИЗР, Санкт-Петербург.

Предел измерения в воздухе—0,01 мг/м³ (при отборе 100 л воздуха)

Диапазон измеряемых концентраций 0,01–0,1 мг/м³

Определению не мешают наполнители технического препарата

Граница суммарной погрешности $\pm 17,3 \%$.

II. Реактивы, растворы, материалы

Для ГЖХ

Азот особой чистоты газообразный, ГОСТ 9293–74.

Ацетон, хч, ГОСТ 2601–79.

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

Натрий сульфат безводный, ч.д.а., ГОСТ 4166–76.

Фильтры бумажные "синяя лента", ТУ 6–09–1676–77.

Стандартный раствор вилкила, содержащий 100 мкг/мл вещества, готовят растворением 10 мг препарата в мерной колбе в 100 мл ацетона.

Хранят в холодильнике не более 2-х месяцев.

Для ТСХ

Ацетон, ч., ГОСТ 2601–79.

Гексан, х.ч., ТУ 6–09–33–75–78.

Хлороформ, ч., ГОСТ 20015–74.

Бромфеноловый синий, ч., ТУ 6–09–3719–83.

Лимонная кислота, осч., 6–4 ТУ 6–09–584–75, 2%-ный раствор.

Нитрат серебра, ч., ГОСТ 1277–75.

Пластинки "Силуфол" (Хемапол, ЧССР).

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

Подвижная фаза ацетон–хлороформ 1:9.

Проявляющий реактив раствор А: 50 мг бромфенолового синего растворяют в 10 мл ацетона. Раствор В: 500 мг нитрата серебра растворяют в 20 мл воды и прибавляют 60 мл ацетона. Растворы А и В сливают в мерную колбу на 100 мл и доводят ацетоном до метки. После

обработки ВЭС, пластинку обесцвечивают 2% раствором лимонной или уксусной кислоты.

III. Приборы и посуда

Газовый хроматограф (типа "Цвет", "Кристалл") с детектором постоянной скорости рекомбинации.

Электроаспиратор, ТУ 64-1-862-77.

Фильтродержатели.

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 25336-82.

Ротационный испаритель с набором колб (типа ИР-1), ТУ 25-11-917-76.

Посуда стеклянная лабораторная по ГОСТ 1770-74, ГОСТ 25336-82, ГОСТ 20292-74.

Колонки стеклянные 1000x3 мм.

Микрошприц на 10 мкл, МШ-10 ТУ 283-3-108.

IV. Условия отбора проб

Исследуемый воздух со скоростью 5 л в минуту аспирируют через фильтр "синяя лента", помещенный в фильтродержатель в течение 20 мин. Рекомендуется отобрать 3 параллельные пробы. (Хранят в холодильнике не более 2-х месяцев).

V. Условия анализа

Фильтр переносят в коническую колбу, заливают 15-20 мл ацетона и встряхивают в течение 20 мин. Экстракцию повторяют еще раз. Ацетон сушат безводным сульфатом натрия, концентрируют до 1 мл и аликвоту вводят в хроматограф, а оставшийся экстракт наносят на хроматографическую пластинку.

Условия хроматографирования

Хроматограф с ДПР

Температура колонки - 230^oС, испарителя 240^oС, детектора -270^oС.

Скорость газа-носителя (азота)- 40 мл/мин.

Длина колонки 1000x3 мм.

Носитель- Хроматон N-AW-DMCS (0,16-0,20мм).

Подвижная фаза- 5% SE-30.

Шкала электрометра $20 \cdot 10^{-12}$ А.

Температура удерживания 2 мин 6 с.

Концентрацию топаза в воздухе определяют по формуле:

$$X = \frac{C \cdot h_{\text{пр}} \cdot V_{\text{ст}} \cdot V_{\text{общ.}}}{h_{\text{ст.}} \cdot V_{\text{пр}} \cdot V_{20}}, \text{ где}$$

C- концентрация топаза в стандартном растворе, мкг/мл;

$h_{\text{ст.}}$ - высота пика стандарта, мм;

$h_{\text{пр}}$ - высота пика пробы, мм;

$V_{\text{пр}}$ - объем пробы, введенный в хроматограф, мл;

$V_{\text{ст}}$ - объем стандарта, введенный

$V_{\text{общ}}$ - общий объем пробы, мл;

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

Для определения концентрации виджила в воздухе методом тонко-
слойной хроматографии поступают следующим образом: пробу сконцентри-
рованную до объема 0,3-0,5 мл количественно наносят при помощи капилляра
на хроматографическую пластинку так, чтобы диаметр пятна не превышал
1 см. Центр пятна должен быть на расстоянии 2-х см от нижнего края пла-
стинки. Колбу с экстрактом 2-3 раза смывают порциями ацетона, который
также наносят в центр пятна. Справа и слева от пробы наносят серию
стандартных растворов виджила, содержащих 2 мкг, 5 мкг; 10 мкг препарата.
Пластинку хроматографируют в системе хлороформ-ацетон 9:1. После хро-
матографирования пластинку высушивают на воздухе, после чего обрабаты-
вают из пульверизатора проявляющим реактивом БЭС. После высушивания
пластинку обесцвечивают раствором лимонной или уксусной кислоты. Топаз
проявляется в виде пятна ярко-голубого цвета на желтом фоне. Величина
 R_f топаза $0,5 \pm 0,05$

Содержание виджила в исследуемой пробе вычисляют по формуле:

$$X = \frac{A}{V} \text{ мг/м}^3, \text{ где}$$

A -количество препарата, найденное на хроматограмме при сравнении со стандартом, мкг;

V -объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к нормальным условиям, л.

VI. Требования безопасности

Необходимо соблюдать общепринятые правила техники безопасности при работе с органическими растворителями, токсичными веществами.