

# **МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ по определению микротомичеств пестицидов в продуктах питания, кормах и внешней среде**

**Сборник № 25**

**Москва  
1997 г.**

Утверждено  
Министерством здра-  
воохранения 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**

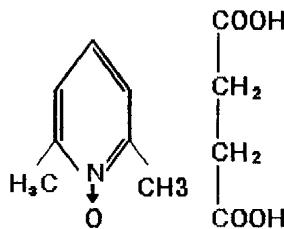
**1. Краткая характеристика препарата.**

Торговое название: Люцис.

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

Производитель: Молдова.

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



M.M. 241,24

Эмпирическая формула:  $\text{C}_{11}\text{H}_{15}\text{NO}_5$

Содержание основного вещества – 99,8%.

Растворимость – легкорастворим в воде, спирте.

Молибденовый аммоний по структурной формуле:  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_24 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

М.м. 1236,0.

Эмпирическая формула:  $\text{H}_{32}\text{N}_6\text{O}_{28}\text{Mo}_7$ .

Содержание основного вещества – 99,9%.

Растворимость – вода.

ОБУВ в воздухе рабочей зоны – 0,8 мг/м<sup>3</sup>

Препарат – люцис – новый регулятор роста растений.

Рекомендован для применения по вегетирующим культурам на люцерне при норме расхода 3 г/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., Шмитидина А.М., УкрНИИГИТОКС 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/м <sup>3</sup>	Предел обнаружения ,мг/м <sup>3</sup>	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.**

**Скалpelь.**

**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 - 30 мин. 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-окси-2,6-диметилпиридина.**

**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 25-30 мл. Экстракти объединяют и фильтруют через б/в сульфат натрия в колбу для отгонки растворителя. Растворитель отгоняют до исчезновения запаха бензола. Затем 10 мг полученного остатка N-окси-2,6-диметилпиридина 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 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 пластины "Силуфол".**

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

**Глубина погружения пластиинки в растворитель составляет 0,5 см.**

**После подъёма фронта растворителя до верхнего конца пластиинки её вынимают из камеры и выдерживают на воздухе до испарения растворителей. После этого пластиинка готова к употреблению. Хранят подготовленные пластиинки 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°C 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 - 1000x3мм.

Твёрдый носитель -Хромосорб-750.

Жидкая фаза -3% OV-17.

Температура термостата колонки - 175°C

детектора - 180°C

испарителя - 200°C.

Газ носитель - азот особой чистоты.

Скорость движения диаграммной ленты - 240мм/час.

Скорость потока азота через колонку - 60мл/мин

детектор - 150мл/мин.

Рабочая шкала электрометра - 20·10<sup>-12</sup>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 "силифол".

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<sub>f</sub>=0,6±0,02.

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 рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{G \cdot S_{pr} \cdot V_1 \cdot 2,1}{S_{ct} \cdot V \cdot V_{20}}$$

где:

X-содержание препарата люцис в воздухе рабочей зоны, мг/м<sup>3</sup>;

G-содержание люциса в стандарте, мкг;

Sпр-площадь пика анализируемой пробы, мм<sup>2</sup>

V<sub>1</sub>-общий объём пробы, мл;

Sст-площадь пика стандартного раствора, мм<sup>2</sup>

V-объём хроматографируемой пробы, мл;

V<sub>20</sub>-объём воздуха, отобранный для анализа и приведённый к стандартным условиям;

2,1-коэффициент 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<sup>3</sup>;

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<sub>20</sub>-объём пробы воздуха, отобранный для анализа и приведённый к нормальным условиям, л;

2,1-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, противозаразного режима и личной гигиены при работе в лабораториях (отделениях, отделах), санитарно-эпидемиологических учреждений системы МЗ СССР (№ 2455-81 от 20.10.81).