

**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

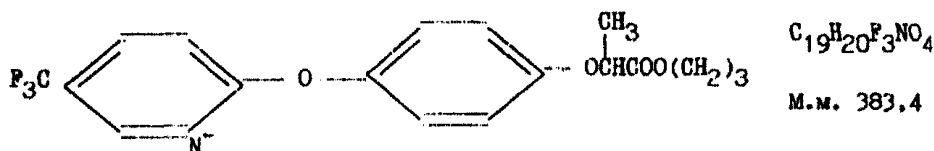
ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

"29" июля 1991г.

№ 6088-91

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ
ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ФЮЗИЛАДА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Фюзилад-бутил-2[4-(5-трифторметилпиридин-2-окси)фенокси]пропионат.



Фюзилад жидкость светло-желтого цвета. Форма препарата :25% эмульгирующий концентрат. Температура кипения 170°C . Устойчив 6 месяцев при температуре 37°C . Растворимость в воде 2 мг/л; полностью смешивается с ацетоном, циклогексаном, гексаном, метанолом, ксилолом, дихлорметаном.

Препарат малотоксичен для млекопитающих, LD_{50} для крыс 3228 мг/кг. Фюзилад применяется для борьбы с однолетними и многолетними злаковыми сорняками на посевах сахарной свеклы, подсолнечника и других овощных культур.

ПДК фюзилада в воздухе рабочей зоны не установлена.

Характеристика метода

Определение фюзилада основано на хроматографическом выделении его в тонком слое пластинок "Силуфол" с последующим проявлением бромфеноловым реагентом.

Отбор проб проводится с концентрированием на бумажных фильтрах.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме 1 мкг.

Разработчик: Ж. А. Арутюнян, Арм. НИИЗР, г. Ереван.

Нижний предел измерения 0.02 мг/м^3 при отборе 50 л воздуха.

Диапазон измеряемых концентраций $0.02-0.30 \text{ мг/м}^3$.

Погрешность измерения не превышает $\pm 20\%$.

Избирательность метода

Метод специфичен и другие соединения при данных условиях хроматографирования определению не мешают.

Реактивы, растворы, материалы

Ацетон, хч, ГОСТ 2603-79.

Бензол, чда, ГОСТ 5955-75.

Бромфеноловый синий водорастворимый, ТУ-6-09-4530-77.

н-Гексан, хч, ТУ 6-09-3875-78.

Лимонная кислота, осч, ГОСТ 908-79.

Натрий серноокислый безводный, ч, ГОСТ 4166-76.

Серебро азотнокислое, ГОСТ 1277-81.

Фильтры бумажные обеззоленные "Синяя лента", ГОСТ 6-09-1678-77.

Пластины "Силуфол" УФ-254 (ЧССР).

Стандартный раствор фазгида в гексане или ацетоне с содержанием 100 мкг/мл . Хранить в холодильнике не более 4 месяцев.

Проявляющий реагент: а) смешиваются равные объемы 2%-ного водного раствора азотнокислого серебра и 0,4%-ного раствора бромфенолового синего в ацетоне; б) 4%-ный водный раствор лимонной кислоты.

Приборы, аппаратура, посуда

Аппарат для встряхивания проб АВУ-1, ТУ 64-11081-83.

Вакуумно-ротационный испаритель. ИР-1М, ТУ 2511-917-76.

Аспирационное устройство, ТУ-64-1862-77.

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

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, на 100 мл.

Колбы конические, ГОСТ 25336-82, на 100 мл.

Воронки химические, ГОСТ 25336-82.

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74, на 25-100 мл.

Камера хроматографическая, ГОСТ 25336-82.

Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 25336-82.

Подготовка к определению

Все органические растворители перед употреблением подлежат очистке.

Фильтры "синяя лента" и губку предварительно тщательно промывают смесью хлороформа с ацетоном в объемном отношении 1:1 и высушивают.

Отбор проб

Воздух со скоростью 5 л/мин протягивают через фильтры "синяя лента" и губку в течение 10 мин (50 л воздуха). Анализы необходимо проводить сразу после отбора проб.

Проведение анализа

Экстракция

Фильтры и губку переносят в коническую колбу и трижды экстрагируют гексаном (по 20 мл), встряхивая на аппарате по 15 мин. Объединенные экстракты сушат безводным сульфатом натрия, концентрируют на ротационном испарителе до 0,1-0,3 мл и наносят на пластинку.

Хроматографирование

Пробу количественно переносят на пластинку микрошпатель, рядом наносят стандартный раствор и ставят в камеру, предварительно насыщенную парами подвижного раствора (смесь бензола, гексана и ацетона в отношении 10:10:0,65).

После поднятия фронта растворителя на 14 см, пластинку снимают, проветривают на воздухе и опрыскивают бромфеноловым реагентом. Для осветления фона, пластинку обрабатывают также 4%-ным водным раствором лимонной кислоты. Физилад проявляется в виде синего пятна на бледном фоне пластинки с $R_f = 0,48-0,50$. Линейный диапазон измерения 1-10 мкг.

Обработка результатов анализа

Количественная оценка проводится путем сравнения интенсивности окраски и площади пятна пробы и стандартных растворов.

Концентрацию фюзилада в воздухе вычисляют по формуле:

$$X = \frac{A}{V_{20}}, \text{ где}$$

X - содержание препарата в пробе, мг/м³;

A - количество фюзилада, найденное путем сравнения со стандартами, мкг;

V₂₀ - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

Требования техники безопасности

Соблюдать все необходимые требования безопасности при работе в химических лабораториях, а также правила устройства, техники безопасности производственной санитарии, противоэпидемического режима и личной гигиены при работе в лабораториях, отделениях, отделах санитарно-эпидемиологических учреждений системы МЗ СССР (№ 2455-81 от 20.10.81г.).