

**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

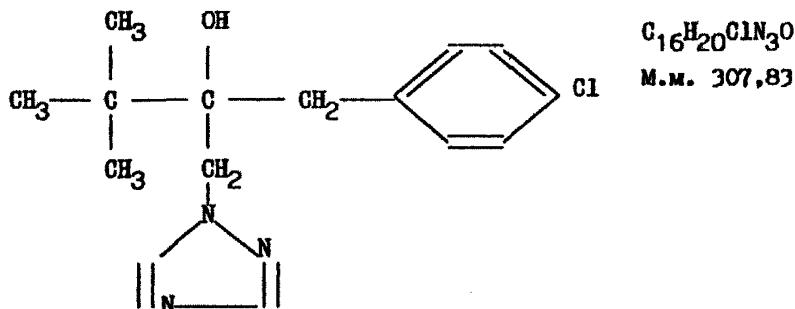
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В
ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

Сборник № 21
Часть 2-ая

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

Утверждено Министерством
здравоохранения СССР
" 29 " июля 1991 г
№ 6112-91

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ
ФОЛИКУРА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ И
ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ



Синонимы: Тебуконазол, HWG 1608, Раксил.

Фоликур (фирма "Байер") новый системный фунгицид на зерновых культурах (пшеница, ячмень, рожь, овес) из группы триазолов широкого спектра действия. Препарат малотоксичен для рыб, пчел и птиц.

Характеристика метода

Определение основано на отборе пробы воздуха, экстракции ацетоном, концентрировании и хроматографировании анализируемого соединения методом ТСХ или ГЖХ.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме 5 нг (ГЖХ), 1 мкг (ТСХ).

Нижний предел измерения 0,005 мг/м³ (ГЖХ) или 0,025 мг/м³ (ТСХ) при отборе 200 л воздуха. Диапазон измеряемых концентраций 0,005-0,05 мг/м³ (ГЖХ) и 0,025-0,25 мг/м³ (ТСХ).

Погрешность измерения не превышает $\pm 23\%$.

Реактивы и материалы:

Фоликур, 98% (фирма "Байер").

Разработчики: Н.И.Рева, В.П.Ракитский, ВНИИГИТОКС, г.Киев

Ацетон, чда, ГОСТ 2603-79.

Гексан, хч., ТУ 6-09-3375-78.

Бензол, хч., ГОСТ 5955-75.

Кислота уксусная, хч., ГОСТ 18290-79, 5%-ный водный раствор.

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

Аммиак водный, чда., ГОСТ 3760-79.

Серебро азотнокислое, чда., ГОСТ 3760-79.

Бромфеноловый синий, чда., ТУ 6-09-3779-83.

Натрий сернокислый безводный, чда., ГОСТ 4266-76.

Вода дистиллированная, ГОСТ 7602-72.

Пластины "Силуфол" (ЧССР).

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

Вата гигроскопическая .

Приборы и посуда:

Газовый хроматограф с пламенно-ионизационным детектором.

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.

Колбы конические плоскодонные, ГОСТ 25336-82.

Воронки лабораторные, диаметр 56 мм, ГОСТ 8613-70.

Пипетки на 1,5,10 мл, ГОСТ 20292-74.

Воронки делительные на 250 мл, ГОСТ 8613-75.

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

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 10391-74.

Скалpelль.

Камера для хроматографирования, ГОСТ 10565-75.

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

Колба с тубусом, ГОСТ 25336-82.

Воронка Бихнера, ГОСТ 9147-80.

Секундомер, ГОСТ 5072-79.

Лампа ртутьно-кварцевая ПРК-4, ТУ 16-536-280-74.

Отбор проб

Воздух со скоростью 10 л/мин аспирируют через бумажный 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.

Подготовка к определению

Приготовление стандартного раствора фоликура

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

Годен к употреблению в течении 30 дней.

Рабочие растворы фоликура с концентрацией 1,0; 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 30 дней.

Приготовление растворов проявляющих реагентов, пластинок.

1. Раствор эзотнокислого серебра в аммиаке и ацетоне

0,5 г азотнокислого серебра растворяют в 5 мл дистилированной воды, добавляют 12-16 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 синий

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 пластинок бромфеноловым реагентом осветляют фон обработкой слоя сорбента свежеприготовленным 2%-ным водным раствором лимонной кислоты или 5%-ным водным раствором уксусной кислоты.

Подготовка пластин "Силуфол"

Пластинку "Силуфол" помещают в хроматографическую камеру, содержащую смесь растворителя 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 аксиаторе под слоем осушителя.

Проведение определения

Подготовка пробы к анализу

Бумажный фильтр, содержащий фоликур, из фильтродержателя переносят в химический стакан или коническую колбу и заливают 15-20 мл ацетона. Экстрагируют пестицид из фильтра в течении 10-15 мин периодически перемешивая содержимое емкости. Экстракцию повторяют дважды свежими порциями ацетона, экстракты объединяют, отгоняют на ротационном испарителе до объема 1,0-1,5 мл при температуре бани не выше 55⁰С.

Условия анализа

Определение методом ТСХ

0,2 мл полученного раствора наносят микропипеткой на очищенную пластинку "Силуфол". Рядом с пробой наносят по 0,2 мл каждого рабочего раствора фоликура, что соответствует содержанию в пятне 0,5; 1,0; 2,0 мкг препарата.

Пластинки помещают в хроматографическую камеру, куда за 10-15 мин до хроматографирования наливают смесь растворителей: бензол-ацетон (2:1) (смесь 1) либо гексан-ацетон (2:1) (смесь 11) в таком количестве, чтобы глубина погружения пластинки в растворитель составила 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 фоликура на хроматограмме проявляются пятна серо-черного цвета. После обработки пластинки бромфеноловым реагентом пластинку опрыскивают раствором лимонной (или уксусной) кислоты. О наличии фоликура в пробе свидетельствует появление в этом случае синего пятна на желтом фоне. Величины K_f фоликура в указанных подвижных растворителях следующие: бензол-ацетон (2:1) - 0,35, гексан-ацетон (2:1) - 0,5.

Минимально-детектируемое количество фоликура - 1,0 мкг

Условия газохроматографического анализа

Детектор постоянной скорости рекомбинации

Колонка стеклянная - 1000 x 3 мм

Твердый носитель -Хромосорб-750

Жидкая фаза - 3% OV-17

Температура термостата колонки - 180°C

датчика - 190°С

испарителя - 200°С

Газ-носитель - азот особой чистоты

Скорость движения диаграммной ленты - 240 мм/мин

Скорость потока азота через колонку - 60 мл/мин

Скорость потока азота через детектор - 150 мл/мин

Рабочая шкала амперометра - 20×10^{-12}

Время удерживания фоликура - 9 мин 40 сек

Объем вводимой пробы - 2-5 мкл

Линейность детектирования - 5,0-20,0 нг.

Обработка результатов в анализе

Концентрацию фоликура в $\text{мг}/\text{м}^3$ воздуха (Х) вычисляют по формуле:

Тонкослойная хроматография

$$X = \frac{J \cdot V}{V_{20} \cdot V_1}, \text{ где}$$

J - количество фоликура в пятнах пробы, найденное путем сравнения со стандартами, мкг;

V - окончательный объем рабочей пробы, мл;

V₁ - объем аликовты, нанесенный на пластинку, мл;

V₂₀ - объем пробы воздуха (л), отобранный для анализа и приведенный к нормальным условиям.

Газожидкостная хроматография:

$$X = \frac{S_{np} \cdot G \cdot V_1}{S_{ct} \cdot V \cdot V_{20}}, \text{ где}$$

S_{np} - площадь пика анализируемой пробы, мм^2 ;

S_{ct} - площадь пика стандарта, мм^2 ;

G - содержание фоликура в стандарте, нг;

V_1 - объем пробы, мл;

V - объем хроматографируемой пробы, мл;

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

Требования 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 20.10.81 г.