

**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

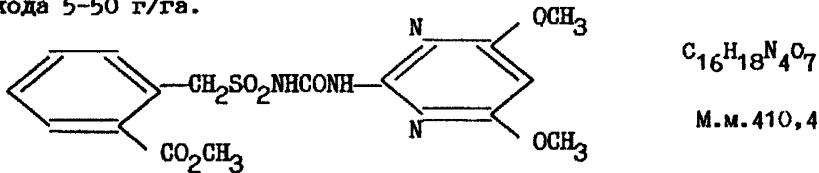
Сборник № 21
Часть 2-ая

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

Утверждено Министерством
здравоохранения СССР
" 29 " июля 1991 г
№ 6104-91

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

Лондакс-метиловый эфир 2(4,6-диметоксипирамидил-2)уреидосульфонил-
метил)бензойной кислоты-применяется как гербицид для риса с нормами
расхода 5-50 г/га.



Лондакс представляет собой бледно-желтое кристаллическое вещество, не имеющее запаха, с температурой плавления 185-188°C; растворимое в хлороформе, хлористом метилене, ацетоне, ацетонитриле, бензоле, гексане.

1. Характеристика метода

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

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

Предел измерения в анализируемом объеме пробы 5 мкг (ТСХ), 0,5 мкг (ГЖХ).

Предел измерения в воздухе 0,02 мг/м³ (при отборе 100 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций 0,02-5 мкг/м³.

Определению не мешают наполнители технического препарата.

Граница суммарной погрешности $\pm 19,5\%$.

2. Реактивы, растворы, материалы

Лондакс.

Хлороформ, ГОСТ 20015-74.

Фильтры бумажные "синяя лента", ТУ 6-09-1678-77.

Разработчики: Т.А. Кошарновская, Л. Е. Морару, Д. Б. Гиренко, ВНИИГИТОКС, г. Киев

Основной стандартный раствор лондакса, содержащий 100 мкг/мл готовят растворением 10 мг препарата в мерной колбе на 100 мл в хлороформе. Раствор хранят в холодильнике не более месяца.

Рабочие растворы лондакса 1-10 мкг/мл готовят из основного раствора разведением. Хранят растворы в холодильнике не более 5 дней.

К методу ТСХ

Ацетон, осч 9-5, ТУ 6-09-3513-86.

Бензол, хч., ГОСТ 5955-75.

О-толидин, ТУ 6-09-66-75.

Уксусная кислота, хч., ГОСТ 18290-72.

Калий иодистый, хч., ГОСТ 4232-74.

Перманганат калия, хч., ГОСТ 4220-75.

Соляная кислота, концентрированная, чда., ГОСТ 3118-77.

Хлорирующая смесь: 3 г перманганата калия растворяют в 50 мл воды, переносят в экскатор, затем добавляют 3-5 мл концентрированной соляной кислоты. Готовят перед обработкой пластинки.

Пластинки хроматографические "Силуфол".

Подвижная фаза бензол-ацетон-аммиак (6:1:0,2).

Проявляющий реагент: А. 0,2 г о-толидина растворяют в 2 мл уксусной кислоты; Б. 0,8 г иодида калия растворяют в 2 мл дистиллированной воды, смешивают растворы А и Б и доводят водой до 200 мл.

К методу ГЖХ

Трифторуксусный ангидрид, ТУ 6-09-4135-75.

Пиридин, ч., ГОСТ 13647-78.

З. Приборы и посуда

Электроаспиратор для отбора проб, ТУ 64-1-862-77.

Посуда мерная, ГОСТ 1770-74.

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74.

Воронки химические, ГОСТ 25336-82.

Колбы конические, ГОСТ 25336-82, на 50, 100 мл.

Колбы грушевидные, ГОСТ 25336-82.

Фильтродержатели.

Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М, ТУ 25-11-917-76.

К методу ГЖХ

Хроматограф с детектором постоянной скорости рекомбинации (тип "Цвет", Газохром или др.)

Микрошприцы на 10 мл.

Колонки стеклянные хроматографические, длина 1 м, d=3 мм.

К методу ТСХ

Камера хроматографическая, ГОСТ 25336-82.

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 25336-82.

Эксикатор (для хлорирования).

4. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 5 л/мин аспирируют через помещенный в фильтродержатель бумажный фильтр "синяя лента" в течение 20 мин.

Рекомендуется отобрать 3 параллельные пробы. Пробы хранят в холодильнике не более 2-х суток.

5. Условия анализа

Бумажный фильтр из фильтродержателя переносят в коническую колбу и заливают 20 мл хлороформа. Встряхивают 20 мин. Экстракцию повторяют дважды. Объединяют хлороформный экстракт и сливают в колбу для отгонки растворителя. Отгоняют растворитель до объема 0,1-0,2 мл при температуре водяной бани не выше 40⁰С. Далее проводят определение методами ГЖХ и ТСХ.

Определение методом ГЖХ

Удаляют остаток растворителя на воздухе. К сухому остатку пробы приливают 50 мкл трифторуксусного ангидрида и 10 мкл пиридина. Выдерживают приготовленный раствор в течение 30 мин, после чего добавляют 1 мл

бензола и 5 мл дистиллированной воды, интенсивно встряхивают в течение 2 мин. После разделения фаз 5 мл бензольного слоя вводят в хроматограф.

Условия хроматографирования

Хроматограф с ДПР

Колонка стеклянная, длина 1 м, d=3 мм

Носитель -хроматон N-AW(0,16-0,20 мм)

Неподвижная фаза-5% ХЕ-60

Температура испарителя -220⁰С, детектора-220⁰С, колонки-160⁰С

Скорость газа-носителя-55 мл/мин (через колонки), 150 мл/мин

(на продувку)

Вводимый объем-5 мкл

Время удерживания фторпропицетного лондакса-6 мин

Минимально детектируемое количество -1 нг

Расчет концентрации препарата (мг/м³) в воздухе проводят по формуле:

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

путем сравнения рассчитываемого пика с пиком, полученным при введении известного количества стандартного вещества при условии, что пики близки по величине и определение ведется в диапазоне линейности детектора.

A - количество стандартного препарата, введенного в хроматограф, мкг;

H_{ct}-высота пика стандартного раствора, мм;

H_{np}-высота пика препарата в исследуемой пробе, мм;

V₁-объем экстракта, введенный в хроматограф, мл;

V - общий объем анализируемого экстракта, мл;

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

Определение методом ТСХ

Сконцентрированную пробу количественно наносят при помощи капилляра-

ной пипетки на хроматографическую пластинку так, чтобы диаметр пятна не превышал 1 см. Центр пятна должен быть на расстоянии 2 см от нижнего края пластиинки. Справа и слева от пробы наносят стандартные растворы пестицида, содержащие 3,5,10 мкг препарата. Пластиинку с нанесенными растворами помещают в хроматографическую камеру, в которую за 30 мин до хроматографирования залива смесь бензол-ацетон-эммиак 6:1:0,2. После поднятия фронта подвижного растворителя на 10 см, пластиинку вынимают и оставляют на несколько минут на воздухе для испарения подвижного растворителя. Пластиинки помещают в эксикатор, содержащий раствор для хлорирования на 1 мин, после чего сушат при комнатной температуре до полного удаления избытка хлора. Последствия опрыскивают раствором о-толидина. Препарат проявляется в виде пятна темно-синего цвета на светлом фоне. Величина R_f 0,32⁺0,05.

Количество препарата в пробе определяют сравнением интенсивности окраски и площади пятен пробы и стандартного раствора.

Для расчета по формуле выбирают пятно на хроматограмме стандарта, наиболее близкое по размерам пятну на хроматограмме пробы.

Концентрацию лондакса в воздухе (Х) в мг/м³ вычисляют по формуле:

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

G - количество лондакса, найденное в пробе на пластиинке, мкг;

V - общий объем пробы, мл;

V_1 - хроматографируемый объем пробы, мл;

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

Требования безопасности

Выполняются в соответствии с "Правилами устройства, техники безопасности производственной санитарии, противоэпидемического режима в лабораториях (отделениях, отделах) санэпидучреждений системы МЗ СССР № 2255-81 от 20.10.81 г".