

**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 № 22
Часть 2-ая**

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

№ 6205-91

CC(C)(C)N1C(=O)C(Cl)=C(SCC2=CC=C(C(C)(C)C)C=C2)C=N1
$$C_{19}H_{25}ClN_2OS$$

81

Отбор проб производится с концентрированием на бумажном фильтре "синяя лента".

Предел измерения в анализируемом объеме ГЖХ - 0,5 мг, ТСХ - 1 мкг.

Предел измерения в воздухе 0,0025 мг/м³ (ГЖХ), 0,05 мг/м³ (ТСХ) - при отборе 100 л воздуха.

Диапазон измеряемых концентраций 0,0025-0,05 (ГЖХ), 0,05-0,5 мг/м³ (ТСХ).

Определению не мешают наполнители технического препарата.

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

2. Реактивы, растворы, материалы

Ацетон, чда., ТУ 6-09-3313-86.

Гексан, хч., ТУ 6-09-3375-78.

Натрия сульфат безводный, чда, ГОСТ 4166-76.

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

Стандартный раствор санмайта, содержащий 100 мкг/мл вещества.

Стандартный раствор санмайта, содержащий 100 мкг/мл вещества, готовят растворением 10 мг препарата в мерной колбе с притертой пробкой в 100 мл ацетона. Хранят в холодильнике не более 2-х месяцев.

К методу ГЖХ

Носитель для колонки - Хроматон N-AW с 5% SE-30.

Азот особой чистоты, ГОСТ 9293-74, в баллонах с редуктором.

К методу ТСХ

о-Толидин, МРТУ 6-09-6337-69.

Кислота уксусная ледяная, х.ч., ГОСТ 18270-72.

Калия иодид, хч., ГОСТ 4232-74.

Калий марганцевокислый, х.ч., ГОСТ 20490-75.

Кислота соляная, х.ч., ГОСТ 348-77.

Пластины "Silufol" (Хемапол, ЧССР).

Подвижная фаза: ацетон-гексан 1:1.

Проявляющий реактив. Готовят раствор А - 0,2 г о-толидина растворяют в 2 мл уксусной кислоты. Раствор Б - 0,8 г иодида калия растворяют в 2 мл дистиллированной воды. Растворы А и Б смешивают и доводят дистиллированной водой до 200 мл.

Раствор для хлорирования. На дно эксикатора помещают 2-3 г перманганата калия и добавляют 10-15 мл дистиллированной воды. Затем сюда же приливают 8-10 мл концентрированной соляной кислоты.

3. Приборы, аппаратура, посуда

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

Фильтродержатели.

Ротационный вакуумный испаритель для отгонки растворителей ИР-1М, ТУ 25-11-917-74.

Водяная баня, ТУ 64-1-425-72.

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

Колбы грушевидные, ГОСТ 25336-82.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, на 25 мл.

Пипетки, ГОСТ 1770-74, на 0,1 мл и 1 мл.

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74, на 50 мл.

К методу ТСХ

Камера хроматографическая, ГОСТ 25336-82.

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 25336-82.

К методу ГЖХ

Хроматограф с детектором по захвату электронов (типа Цвет, Газохром или др. марки).

Микрошприц, 10 мкл, МШ-10.

Колонка хроматографическая, стеклянная, длина 1 м, внутренний диаметр 3 мм.

4. Отбор проб воздуха

Воздух со скоростью 5 л/мин аспирируют через помещенный в фильтродержатель бумажный фильтр "синяя лента" в течение 20 мин. Длительность хранения проб в холодильнике до 5 дней.

5. Проведение измерения

Бумажный фильтр, содержащий аэрозоль, из фильтродержателя переносят в коническую колбу и заливают 15 мл гексана. Экстрагируют пестицид из фильтра в течение 1 часа. Экстракцию повторяют дважды. Объединенный экстракт сушат безводным сульфатом натрия (5-7 г) и сливают в колбу для отгонки растворителя. Отгоняют растворитель под вакуумом до объема 0,2-0,3 мл при температуре не выше 30⁰С. Далее высушивают досуха в токе воздуха. Сухой остаток смывают 1 мл гексана и хроматографируют.

6. Метод ГЖХ

Условия анализа

Твердый носитель Хроматон N-AW с 5% SE-30.

Длина колонки - 1 м.

Диаметр колонки - 3,5 мм.

Температура колонки - 220⁰С.

Температура испарителя - 240⁰С.

Температура детектора - 250⁰С.

Газ-носитель - азот.

Скорость потока газа-носителя - 60 мл/мин.

Скорость диаграммной ленты - 240 мм/ч.

Объем вводимой пробы - 4 мкл.

Время удерживания - 5 мин.

Линейный диапазон детектирования 0,5-10 нг.

Для дополнительной идентификации проводится хроматографирование с термоионным детектором (жидкая фаза - 5% SE-30, колонка -1м, температура колонки -210°C, температура испарителя - 250°C, скорость диаграммной ленты -240 мм/ч), время удерживания - 8 мин.

Количественное определение проводят методом расчета по соотношениям высота пика -концентрация. Для этого до и после анализа проб вводят в хроматограф по 2 мкл стандартного раствора, измеряют высоту пиков и вычисляют среднее арифметическое из 5 определений. Если при введении в хроматограф аликвотной части (2 мкл) конечного экстракта получают большие пики или происходит "зашкаливание", что свидетельствует о наличии большого количества анализируемого вещества, готовят более разбавленные растворы, добавляя в конечный раствор пипеткой дополнительное замещенное количество растворителя.

Расчет концентрации

Концентрацию препарата (X) в мг/м³ воздуха вычисляют по формуле:

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

$C_{\text{ст}}$ -концентрация санмайта в стандартном растворе, введенном в хроматограф, нг;

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

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

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

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

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

7. Метод ТСХ

Аликвотную часть раствора (0,2 мл) с помощью микропипетки наносят на пластинку. Рядом с пробой наносят стандартные растворы, с содержанием 1,2,3...10 мкг, после чего пластинку помещают в хроматографическую камеру. После подъема фронта смеси растворителей ацетон-гексан (1:1) на 10 см, пластинку вынимают из камеры, сушат на воздухе, ~ 2 мин и помещают в эксикатор с раствором для хлорирования. Пластинку вынимают из эксикатора, выдерживают на воздухе 25 мин до полного выветривания хлора и опрыскивают проявляющим раствором. Препарат проявляется в виде темно-фиолетового пятна. Нижний предел обнаружения - 1 мкг. Величина $R_f=0,58$.

Расчет концентрации

Концентрацию санмэйта (X) в воздухе в мг/м³ вычисляют по формуле:

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

G- количество препарата, найденное в хроматографируемом объеме пробы, мкг

V- общий объем раствора, мл;

V₁- объем аликвоты, нанесенной на пластинку, мл;

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

8. Требования безопасности

Выполняются в соответствии с "Правилами устройства, техники безопасности, производственной санитарии, противэпидемического режима и личной гигиены при работе в лабораториях (отделениях, отделах) санэпидучреждений системы МЗ СССР № 2255-81 от 20.10.81.