

**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.**

"УТВЕРЖДЕНО"

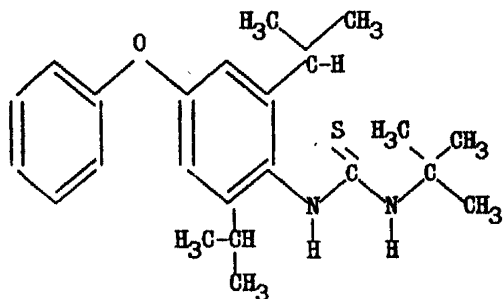
МИНИСТЕРСТВОм ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

" 29" 07 1991г.

№ 62 54-91

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ
КОНЦЕНТРАЦИЙ ДИАФЕНТИУРОНА (ПЕГАСА) В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Диафентиурон (пегас, CGA 106630) - препарат производства фирмы "Сибга-Гейги". кристаллическое вещество белого цвета, хорошо растворим в ацетонитриле.



$C_{23}H_{32}N_2OS$

М.м. 384,59

Используется как несистемный инсектоакарицид. При применении может находиться в воздухе в виде аэрозоля.

Препарат необходимо хранить в закрытой заводской таре. Не допускать попадания солнечных лучей и влаги. Хранить при температуре не ниже $-5^{\circ}C$.

1. Характеристика метода

Метод основан на хроматографировании пегаса в тонком слое силикагеля после извлечения препарата из исследуемой пробы органическим растворителем, а также на получении фторпроизводного пегаса с последующим

Разработчики: Морару Л.Е., Гиренко Д.Б., ВНИИГИНТОКС, Киев.

его определением методом ГЖХ с использованием постоянной скорости ре- комбинации.

Отбор проб производится с концентрированием (бумажный фильтр "си- няя лента").

Предел измерения в хроматографируемом объеме - 2 мкг (ТСХ), 2 нг (ГЖХ).

Предел измерения в воздухе - 0,02 мг/м³ (при отборе 100 л воздуха для ТСХ) и 0,004 мг/м³ (для ГЖХ).

Диапазон измеряемых концентраций - 0,02-0,15 мг/м³ (ТСХ) и 0,004- 0,015 мг/м³ (ГЖХ).

Определению не мешают наполнители препарата.

Граница суммарной погрешности $\pm 25\%$ (ТСХ), $\pm 21\%$ (ГЖХ).

2. Реактивы, растворы, материалы

К методу ГЖХ

Азот газообразный, ГОСТ 9223-74, из баллона с редуктором.

Воздух, ГОСТ 9010-80, из баллона с редуктором.

Хроматон N-AW (0,16-0,20 мм) с 5% SE-30 (Хематол СССР).

Гептафтормасляный ангидрид, ч., ТУ 6-09-40-2571-87.

К методу ТСХ

Ацетон, ч., ГОСТ 2603-79.

Ацетонитрил, ч., ТУ 6-09-3534-87.

Гексан, ч., ТУ 6-09-3375-78.

Хлороформ, ч., ГОСТ 20015-77.

Сульфат натрия безводный, ч., ГОСТ 4166-76.

Бромфеноловый синий, ч., ТУ 6-09-1058-71.

Нитрат серебра, ч., ГОСТ 1277-81.

Лимонная кислота, осч., ГОСТ 908-79, 2%-ный раствор.

Пластинки "силуфол" (Хемапол, ЧССР).

Проявляющий реактив. Раствор А: 100 мг бромфенолового синего растворяют в 10 мл ацетона.

Раствор В: 1 г нитрата серебра растворяют в 40 мл воды и прибавляют 120 мл ацетона.

Растворы А и В сливают в мерную колбу на 200 мл и доводят ацетоном до метки. После обработки БФС, пластинку обезжелезивают 2% раствором лимонной кислоты.

Основной стандартный раствор диафентиурона, содержащий 1000 мкг/мл, готовят растворением 100 мг препарата в мерной колбе на 100 мл ацетонитрилом. Хранят в холодильнике в течение 2-х месяцев.

Стандартный раствор фторпроизводного диафентиурона, содержащий 1 мкг/мл, готовят следующим образом: 10 мкл основного стандартного раствора, содержащего 10 мкг пегаса, переносят в мерную пробирку и прибавляют 10 мкл гептафтормасляного ангидрида и оставляют на 1 час. По истечении времени избыток отдувают в токе сухого воздуха. Сухой остаток разбавляют в 10 мл гексана.

3. Приборы и посуда

Газовый хроматограф с детектором постоянной скорости рекомбинации.

Колонка стеклянная, 1000 x 3 мм.

Микрошприц на 10 мкл МШ-10, ТУ 2.833.106.

Электроаспиратор для отбора проб воздуха, ТУ 64-1-862477.

Ротационный испаритель ИР-1М, ТУ 26-11-917-77, с набором колб.

Посуда лабораторная по ГОСТ 1770-74, ГОСТ 25336-82.

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 25336-82.

Секундомер. Фильтродержатели.

4. Отбор пробы воздуха

Исследуемый воздух со скоростью 5 л/мин аспирируют через фильтр "синяя лента", помещенный в фильтродержатель, в течение 20 мин. Рекомендуется отобрать три параллельные пробы.

5. Проведение измерения

Метод ГХ

Фильтр переносят в коническую колбу, заливают 15-20 мл ацетонитрила и встряхивают 30 мин. Экстракцию повторяют еще раз. Объединенный ацетонитрильный экстракт сушат безводным сульфатом натрия, переносят в колбу для упаривания с оттянутым концом и упаривают растворитель на ротационном испарителе при температуре бани 60°C до 0,1 мл и прибавляют 10 мкл гептафтормасляного ангидрида. Через 1 час избыток реагента отдувают в токе сухого воздуха, разбавляют 1-2 мл гексана и аликвоту 5 мкл вводят в хроматограф.

Условия хроматографирования

Газовый хроматограф с ДЭЗ.

Насадка - Хроматон N-AW (0,16-0,20 мм) с 5% SE-30.

Колонка стеклянная, 1000 x 3 мм.

Скорость газа-носителя азота - 50 мл/мин.

Шкала электрометра - $20 \times 10^{-12} \text{A}$.

Температура колонки - 170°C .

Температура испарителя - 240°C .

Температура детектора - 240°C .

Вводимый объем - 5 мкл.

Линейный диапазон детектирования - 2-10 нг.

Минимально детектируемое количество - 2 нг.

Время удерживания при указанных условиях - 4 мин.

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

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

G —количество диафентурана (стандартный раствор), введенного в хроматограф, мкг;

$h_{\text{ст}}$ —высота пика стандартного раствора, мм;

$h_{\text{пр}}$ —высота пика диафентурана в исследуемой пробе, мм;

V —объем пробы, взятой для хроматографирования, мл;

$V_{\text{общ}}$ —общий объем экстракта, мл;

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

Метод ТСХ

Фильтр переносят в коническую колбу, заливают 15–20 мл ацетонитрила и встряхивают в течение 30 мин. Экстракцию повторяют еще раз. Объединенный ацетонитрильный экстракт сушат безводным сульфатом натрия, концентрируют до 0,1–0,2 мл и наносят на хроматографическую пластинку "силуфол", предварительно промытую в камере с ацетоном. Центр пятна должен быть на расстоянии 2 см от нижнего края пластинки. Колбу с экстрактом смывают 2–3 раза ацетонитрилом, который также наносят в центр первого пятна. Справа и слева от пробы наносят стандартные растворы пестицидов, содержащие 2;5 и 10 мкг препарата. Пластинку с нанесенными растворами помещают в хроматографическую камеру, в которую залита смесь гексан:ацетон (1:2). После поднятия фронта растворителей на 10 см пластинку вынимают и оставляют на несколько минут на воздухе для испарения растворителей. После этого плас-

тинку обрабатывают из пульверизатора раствором бромфенолового синего, а затем обесцвечивают 2%-ным раствором лимонной кислоты. Препарат проявляется в виде пятен сине-бурого цвета на желтом фоне с R_f $0,5 \pm 0,05$.

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

Измерение площади проводится с помощью миллиметровой бумаги. Строится калибровочный график зависимости между количеством препарата в мкг от площади пятна. Прямолинейная зависимость между площадью пятна и содержанием препарата в пятне соблюдается в интервале 2-10 мкг. Если содержание препарата в пробе превышает верхнюю границу диапазона (10 мкг), то для нанесения на пластинку необходимо брать аликвотную часть экстракта параллельной пробы.

Концентрацию препарата X в воздухе в $мг/м^3$ вычисляют по формуле:

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

G —количество препарата, найденное в хроматографируемом объеме, мкг;

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

V —объем пробы, взятый для хроматографирования, мл;

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

6. Требования безопасности

Необходимо соблюдать общепринятые правила техники безопасности при работе с органическими растворителями и токсическими веществами.