ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ
ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ,
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ ПРИ МСХ СССР

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

Часть XI

Москва - 1981

УТВЕРЖДАЮ:

Заместитель Главного государственного санитарного врача СССР

„28 января 1980г. № 2140-80

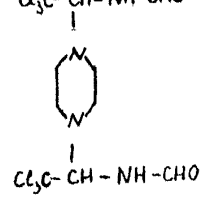
МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ТРИФОРИНА В ВОДЕ

I. Характеристика анализируемого пестицида

Активное вещество

1,4 - бис - (1^1- формамидо - 2^1, 2^1, 2^1 - трихлорэтил - 1^1) - пиперазин

Структурная формула



Эмпирическая формула

$C_{10}H_{14}Cl_6N_4O_2$

Торговое наименование варгол, фунгинекс, трифорин 20.

Молекулярная масса трифорина 434,96.

Трифорин - белое кристаллическое вещество без запаха. Темп. пл. 156-158°С (с разложением). Растворимость при комнатной температуре в воде 27-29 мг/л.

Хорошо растворяется в диметилформамиде, диметилсульфоксиде, тетрагидрофуране. Растворяется в ацетоне, бензоле, хлороформе. Давление

пара 2×10^{-7} мм рт.ст. при 20°С. Выпускается в виде эмульсионного концентрата трифорина. Токсичность: $ЛД_{50}$ для крыс и мышей 6000 мг/кг. Трифорин обладает защитным, куративным, до некоторой степени системным и акарицидным действием. Препарат предназначен для борьбы с мучнистой росой, паршей, ржавчиной, монилиозами и болезнями листьев злаковых, плодовых, овощных и декоративных культур. Можно применять на яблоне (парша и мучнистая роса), на винограде (оидиум и серная гниль) и на огурцах (мучнистая роса).

2. Методика определения трифорина в воде методом тонкослойной хроматографии

2.I. Основные положения.

2.I.I. Принцип метода.

Метод основан на экстракции пестицида из анализируемой пробы хлороформом, очистки экстракта и хроматографировании на пластинках "Силуфол" или в тонком слое силикагеля.

Подвижными фазами служат смеси: н-гексан и ацетон (I0:7), или н-гептан и ацетон (I:2).

Проявление хроматограмм осуществляется двумя способами.

I способ. Раствором азотнокислого серебра и аммиака в ацетоне с последующим ультрафиолетовым облучением.

II способ. 5%-ным раствором фосфорномолибденовой кислоты с последующим 5-минутным нагревом при 80-90°С и ультрафиолетовым облучением.

2.I.2. Метрологическая характеристика метода

Диапазон определяемых концентраций - 0,I-I0 мкг.

Нижний предел обнаружения трифорина(см таблицу):

	"Силуфол"		Силикагель	
	Проявляющий реактив		Проявляющий реактив	
	$AgNO_3$	фосфорно-молибденовая кислота	$AgNO_3$	фосфорно-молибденовая кислота
Из стандартного раствора, трифорин, мкг	0,I	2-3	0,2	3
Нижний предел обнаружения трифорина в воде, мкг в анализируемом объеме воды	0,4	3-4	0,5	5-6

Размах варьирования R = 95+80= I5%.

Среднее значение определения стандартных количеств пестицидов - 88%.

Стандартное отклонение.- 2,5%.

Относительное стандартное отклонение - 0,03.

Доверительный интервал среднего при p =0,95 и n = 5, $\mathcal{L}$ = 88±3%.

Определению не мешают пестициды кельтан, хлорофос, оксихлорид меди, которые применяются для обработки тех же культур.

2.2. Реактивы и растворы

Азотнокислое серебро.

Аммиак, 25%- ный.

Ацетон, х.ч.

Н-гексан, х.ч.

Н-гептан, х.ч.

Натрий сернокислый безводный.

Пластинки "Силуфол".

Силикагель Л,ЛСЛ$_{254}$5/40μ

Смесь растворителей № I.Н-гексан и ацетон = I0:7.

Смесь растворителей № 2.Н-гептан и ацетон = I:2.

Спирт этиловый.

Стандартный раствор трифорина. Растворяют 0,025 г препарата (х.ч.) в 50 мл этилового спирта. Концентрация препарата 500 мкг/мл.

Фосфорномолибденовая кислота, 5%-ный раствор в этиловом спирте

Хлороформ, х.ч.

2.3. Посуда и приборы

Воронки химические.

Камера для опрыскивания пластин.

Камера для хроматографирования.

Колбы конические I00, I50 мл.

Грушевидные колбы для отгонки растворителя.

Лампа ультрафиолетовая марки ОКН-II.

Капилляры для нанесения проб.

Микрошприцы на I и I0 микролитров.

Пластинки стеклянные размером 90хI20 мм со слоем силикагеля (используются в случае отсутствия пластинок "Силуфол")

Прибор для отгонки растворителя.

Пульверизатор стеклянный.

Шкаф сушильный.

Цилиндры мерные на 50, I00 мл.

2.4. Подготовка к определению. Приготовление пластинок.

Стеклянные пластинки размером 90x120 мл тщательно моют раствором хромовой смеси, промывают проточной водой, затем дистиллированной и сушат.

Взвешивают 14 г силикагеля и 1 г гипса. В фарфоровой ступке растирают с 40 мл дистиллированной воды. Наносят на пластинки одинаковое количества массы и оставляют сохнуть до следующего дня на воздухе. Хранят пластинки в эксикаторе над $CaCl_2$. Активирование пластинки проводят нагреванием в сушильном шкафу при 130-140°С в течение 30 мин, непосредственно перед их использованием.

2.5. Проведение определения.

2.5.1. Экстракция.

К 100 мл анализируемой воды в делительной воронке прибавляют 50 мл хлороформа и встряхивают 5 мин. Экстракцию хлороформом повторяют. Хлороформный слой два раза профильтровывают через воронку, заполненную 4-5 г безводного сернокислого натрия. Фильтрат упаривают до 0,1 мл.

2.5.2. Хроматографирование

Экстракт с помощью капилляра наносят на пластинку для хроматографирования. Колбу промывают 0,1 мл хлороформа 4-5 раз и наносят на пластинку. Рядом с пробой наносят стандартный раствор микрошприцом в количестве 0,1-10 мкг.

Пластинку опускают в камеру для хроматографирования. Когда растворитель (н-гексан и ацетон = 10:7 или н-гептан и ацетон = = 1:2) поднимется на 10-11 см, пластину вынимают и выдерживают при комнатной температуре 30-45 мин, чтобы полностью улетучился растворитель, и проявляют. Проявляя с азотнокислым серебром пластинки

после опрыскивания высушивают при комнатной температуре и облучают ультрафиолетовым светом 6-7 мин. Проявляя с фосфорномолибденовой кислотой, пластинки после опрыскивания высушивают при комнатной температуре, выдерживают в сушильном шкафу 5 мин. при 80-90°С и облучают ультрафиолетовым светом 5-7 мин. При наличии трифорина в анализируемой пробе воды появляется пятно черного цвета на светлом фоне (азотнокислое серебро) и желтое пятно на синем фоне (фосфорномолибденовая кислота). Величины R_f в системе растворителей н-гексан и ацетон = 10:7 - 0,38-0,39, н-гептан и ацетон = 1:2 -0,70-0,72. Сравнивают размер и интенсивность пятен проб с пятном стандартного раствора.

2.6. Обработка результатов анализа

Количественное определение производится путем сравнения площади пятен проб и стандартных растворов. Измерение площадей осуществляется с помощью стекла, на котором нанесена миллиметровочная сетка. Пропорциональная зависимость между площадью пятна и концентрацией препарата наблюдается до 10 мкг. При больших содержаниях препарата на пластинку наносят часть экстракта.

Содержание препарата в анализируемой пробе в мг/л (X) рассчитывается по формуле:

$$X = \frac{A \cdot S_2}{P \cdot S_1}, \text{ где}$$

A - количество стандартного раствора, мкг

S_1 - площадь пятна стандартного раствора, мм^2

S_2 - площадь пятна пробы, мм^2

P - количество пробы, взятой для анализа, мл.

2.7. Требования безопасности

Соблюдать требования безопасности, обычно рекомендуемые для работы с органическими растворителями, УФ-светом.

2.8. Методические указания подготовлены НИИ эпидемиологии, микробиологии и гигиены Минздрава Лит.ССР (к.х.н.Юргайтене П.Ю.) и ВНИИ гигиены и токсикологии пестицидов,полимерных и пластических масс (д.б.н.,проф.Клисенко М.А.,к.х.н. Киселевой Н.И.).