

УТВЕРЖДАЮ

Главный государственный санитарный  
врач Российской Федерации,  
Первый заместитель Министра здраво-  
охранения Российской Федерации  
Г. Г. Онищенко

24 июня 2003 г.

Дата введения: 30 июня 2003 г.

#### 4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

### Измерение концентраций Тритиконазола в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии

#### Методические указания

МУК 4.1.1436а—03

#### 1. Вводная часть

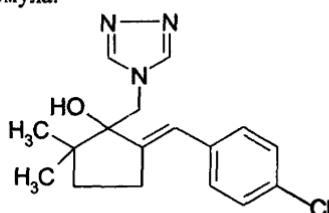
Фирма-производитель: Байер КропСайенс.

Торговое название: Премис.

Название действующего вещества по ИСО: Тритиконазол.

Название действующего вещества по ИЮПАК: (1RS)-(E)-5-[<sup>4</sup>-хлорфенил]метилен]-2,2-диметил-1-(1Н-1,2,4-триазол-1-илметил)-цикло-  
пентан-1-ол (ИЮПАК).

Структурная формула:



Эмпирическая формула:  $C_{17}H_{20}ClN_3O$ .

Молекулярная масса: 317,82.

Белый порошок без запаха.

Температура плавления: 139,0—140,5 °C.

Плотность при 20 °C: 1,324—1,366 кг/м<sup>3</sup>.

Давление паров при 50 °C: менее 0,1 × 10 гПа.

Хорошо растворим в дихлорметане, ацетоне, этилацетате, плохо – в гексане, растворимость в воде при 20 °С – 8,5 мг/л.

Стабилен в водных растворах.

Может присутствовать в воздухе рабочей зоны в виде аэрозоля.

*Краткая токсикологическая характеристика.* Тритиконазол относится к веществам, опасным по ингаляционной токсичности (ЛК<sub>50</sub> крысы – 1 400 мг/м<sup>3</sup>), малоопасным по острой пероральной (ЛД<sub>50</sub> крысы – более 2 000 мг/кг) и дермальной токсичности (ЛД<sub>50</sub> крысы – более 2 000 мг/кг).

В России установлены следующие гигиенические нормативы:

ДСД – 0,005 мг/кг массы человека;

ОБУВ в воздухе рабочей зоны при применении – 1,0 мг/м<sup>3</sup>;

ОБУВ в воздухе атмосферы при применении – 0,01 мг/м<sup>3</sup>.

*Область применения препарата.* Тритиконазол – фунгицид контактного и системного действия, рекомендуемый для обработки семян пшеницы против многих грибов и ряда лиственных патогенов, таких как ржавчина, мучнистая роса, пятнистость, болезни всходов, колосковая головня. Расход препарата от 25 до 50 г д.в. на тонну зерна.

Зарегистрирован в России в качестве фунгицида под фирменными названиями Премис двести, кс (200 г/л), Премис, кс (25 г/л) – против головни, ржавчины, корневых гнилей, септориоза, мучнистой росы зерновых культур, с нормой расхода 0,15–0,25 л/т.

## **2. Методика измерения концентраций Тритиконазола в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии**

### **2.1. Основные положения**

#### **2.1.1. Принцип метода**

Методика основана на определении Тритиконазола с помощью газожидкостной хроматографии с детектором постоянной скорости рекомбинации. Отбор воздуха осуществляется концентрированием аэрозоля на бумажные фильтры «синяя лента».

Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки.

#### **2.1.2. Избирательность метода**

В предлагаемых условиях метод специфичен в присутствии компонентов препартивной формы, а также пестицидов, применяемых в интенсивной технологии выращивания зерновых культур.

**2.1.3. Метрологическая характеристика метода ( $p = 0,95$ )**

Число параллельных определений – 10.

Предел обнаружения в хроматографируемом объеме – 0,5 нг.

Предел обнаружения в воздухе – 0,007 мг/м<sup>3</sup> (при отборе 75 л воздуха).

Диапазон определяемых концентраций – 0,007—0,112 мг/м<sup>3</sup>.

Среднее значение определения – 94,4 %.

Стандартное отклонение (S) – 8,98 %.

Относительное стандартное отклонение (DS) – 2,84 %.

Доверительный интервал среднего – 6,42 %.

Суммарная погрешность измерения не превышает 13 %.

**2.2. Реактивы, растворы и материалы**

Тритиконазол с содержанием д.в. 99,3%

Азот, осч ГОСТ 9293—74

Ацетон, осч ГОСТ 2603—79

Бумажные фильтры «синяя лента»,

предварительно промытые ацетоном

Хромасорб W-HD с 3 % OV-101 (0,12—0,16 мм)

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

Хемапол

**2.3. Приборы, аппаратура, посуда**

Газовый хроматограф «Цвет» или аналогичный, снабженный детектором постоянной скорости рекомбинации (ДПР) с пределом детектирования по линдану  $4 \cdot 10^{-14}$  г/см<sup>3</sup>

Колонка хроматографическая стеклянная, длиной 1 м, внутренним диаметром 2—3 мм

Аспирационное устройство достаточной разрешающей способности типа ЭА-1

ТУ 25-11-1414—78

Барометр-анероид М-67

ТУ 2504-1797—75

Весы аналитические ВЛА-200

ГОСТ 34104—80Е

или аналогичные

Колбы грушевидные со шлифом,

ГОСТ 10394—72

вместимостью 100 мл

ГОСТ 1770—74

Колбы мерные, вместимостью 100 мл

ГОСТ 20292—74

Пипетки, вместимостью 0,1 и 1 мл

ТУ 25-11-917—74

Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М

или аналогичный

Стаканы химические, вместимостью 100 мл

ГОСТ 25336—82Е

Стеклянные палочки

Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2, цена деления 1 °С, пределы измерения 0—55 °С	ГОСТ 215—73Е
Фильтродержатель	
Цилиндры мерные, вместимостью 10 мл	ГОСТ 1770—74Е

#### **2.4. Отбор проб**

Отбор проб воздуха рабочей зоны осуществляют в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005—88 «ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны».

Воздух с объемным расходом 5,0 дм<sup>3</sup>/мин аспирируют в течение 15 мин через фильтр «синяя лента». Фильтры с отобранными пробами, упакованные в полиэтиленовые пакеты, можно хранить при комнатной температуре в течение 30 дней.

#### **2.5. Подготовка к определению**

##### **2.5.1. Подготовка и кондиционирование колонки**

Готовую насадку (5 % SE-30 на Хроматоне N-AW) засыпают в стеклянную колонку, уплотняют под вакуумом, колонку устанавливают в термостате хроматографа, не подсоединяя к детектору, и стабилизируют в токе азота при температуре 250 °С в течение 10—12 ч. Затем колонку подсоединяют к детектору, устанавливают параметры хроматографирования, указанные в п. 2.7.1, и проводят тренировку колонки в течение 8—10 ч, вводя в испаритель газового хроматографа по 1 мкл стандартного раствора Тритиконазола с концентрацией 100 мкг/мл.

##### **2.5.2. Приготовление стандартных растворов**

Стандартный раствор Тритиконазола с содержанием 100 мкг/мл готовят растворением 0,01 г вещества в ацетоне в мерной колбе на 100 мл. Раствор хранится в холодильнике в течение 6 месяцев.

Рабочие стандартные растворы с концентрациями 0,5; 1,5; 3,0; 5,0; 8,0 мкг/мл готовят из раствора, содержащего 100 мкг/мл Тритиконазола соответствующим разбавлением ацетоном. Растворы хранятся в холодильнике в течение 3 месяцев.

##### **2.5.3. Построение градуировочного графика**

Для построения градуировочного графика на определение Тритиконазола в испаритель хроматографа вводят по 1 мкл рабочего стандартного раствора с концентрациями 0,5; 1,5; 3,0; 5,0 и 8,0 мкг/мл.

Осуществляют не менее 5 параллельных измерений. Находят среднее значение высоты хроматографического пика для каждой концентрации.

Строят градуировочный график зависимости высоты хроматографического пика в мм от содержания Тритиконазола в пробе в нг.

## 2.6. Описание определения

Фильтр с отобранный пробой переносят в химический стакан вместимостью 100 мл, заливают 10 мл ацетона и оставляют на 4—5 мин. Растворитель сливают, отжимая фильтр стеклянной палочкой. Фильтр еще дважды обрабатывают новыми порциями ацетона объемом 10 мл.

Далее объединенный экстракт упаривают в грушевидных колбах на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 45 °C почти досуха, оставшийся растворитель отдувают током теплого воздуха. Остаток растворяют в 1 мл ацетона и 1 мкл полученного раствора анализируют по п. 2.7.

## 2.7. Условия хроматографирования градуировочных и анализируемых растворов

Хроматограф газовый «Цвет-570», с детектором постоянной скорости рекомбинации.

### 2.7.1. Неподвижная фаза – 5 % SE-30 на Хроматоне N-AW (0,16—0,20 мм)

Колонка стеклянная, длиной 1 м, внутренним диаметром 3 мм.	
Рабочая шкала электрометра	64 · 10 Ом.
Скорость движения ленты самописца	240 мм/ч.
Температура термостата колонки	240 °C;
детектора	340 °C;
испарителя	390 °C.
Скорость газа-носителя (азот)	35 мл/мин.
Объем вводимой пробы	1 мкл.
Абсолютное время удерживания	1 мин 30 с.
Линейный диапазон детектирования	0,5—8,0 нг.

### 2.7.2. Альтернативная хроматографическая фаза

Неподвижная фаза – 3 % OV-101 на Хромасорбе W-HD (0,12—0,16 мм).

Колонка стеклянная, длиной 1 м, внутренним диаметром 3 мм.	
Рабочая шкала электрометра	32 · 10 <sup>10</sup> ом.
Скорость движения ленты самописца	240 мм/ч.
Температуры термостата колонки	235 °C;
детектора	340 °C;
испарителя	390 °C.
Скорость газа-носителя (азота)	30 мл/мин.
Объем вводимой пробы	1 мкл.
Абсолютное время удерживания	1 мин 32 с.
Линейный диапазон детектирования	0,5—8,0 нг.

Среднюю высоту пика вычисляют из результатов трех последовательных вводов пробы в испаритель хроматографа. Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор с концентрацией 8,0 мкг/мл, разбавляют ацетоном.

### **2.8. Обработка результатов анализа**

Содержание Тритиконазола в воздухе рассчитывают методом абсолютной калибровки по формуле:

$$C = \frac{A \cdot B}{b \cdot V}, \text{ где}$$

*C* – содержание тритиконазола в воздухе, мг/м<sup>3</sup>;

*A* – количество вещества, найденное по градуировочному графику в анализируемом объеме пробы, нг;

*B* – общий объем пробы для хроматографирования, мл;

*b* – объем пробы, вводимый в хроматограф, мкл;

*V* – объем пробы воздуха, отобранный для анализа, приведенный к стандартным условиям (давление 760 мм рт. ст., температура 20 °C), л.

$$V = 0,383 \frac{P}{273 + T} ut, \text{ где}$$

*T* – температура воздуха при отборе пробы (на входе в аспиратор), °C;

*P* – атмосферное давление при отборе пробы, мм рт. ст.;

*u* – расход воздуха при отборе пробы, дм<sup>3</sup>/мин;

*t* – длительность отбора пробы, мин.

### **3. Требования техники безопасности**

При выполнении измерений концентраций Тритиконазола в воздухе необходимо соблюдать все необходимые требования безопасности при работе в химических лабораториях в соответствии с «Правилами устройства, техники безопасности, производственной санитарии, противоэпидемиологического режима и личной гигиены при работе в лечебных и санитарно-эпидемиологических учреждениях системы МЗ СССР» (№ 2455—81 от 20.10.81), а также требования, изложенные в документации на прибор.

### **4. Разработчики**

Калинин В. А., проф., к. с-х. н.; Довгилевич Е. В., к. биол. н.; Калинина Т. С., к. с-х. н.; Довгилевич А. В., к. хим. н.

Московская сельскохозяйственная академия им. К. А. Тимирязева.

Учебно-научный консультационный центр «Агрозэкология пестицидов и агрохимикатов», 127550, Москва, Тимирязевская ул., д. 53/1. Телефон: (095) 976-37-68, факс: (095) 976-43-26.