

**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**

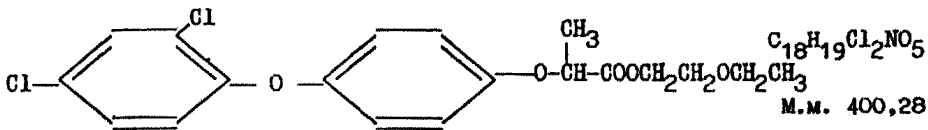
**МОСКВА
ЦЕНТР НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ИНФОРМАЦИИ,
ПРОПАГАНДЫ И РЕКЛАМЫ
1994 г.**

Утверждено Министерством
здравоохранения СССР
" 29 июля 1991 г
№ 6085-91

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ
ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ КЕНТАВРА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

1. Краткая характеристика препарата

Действующее вещество - этоксиэтиловый эфир 2-/4-(3,5-дихлорпиридил-
2-окси)фенокси/пропановой кислоты



Химически чистое соединение - кристаллическое вещество коричневого цвета с характерным запахом. Тплав. $-68-69^{\circ}C$. Препарат нерастворим в воде, ограниченно растворим в этиловом спирте, хорошо растворим в ацетоне, ксилоле, хлороформе. Выпускается в виде 20% к.в.

ДОК, ПДК, МДУ кентавра в настоящее время не установлены.

2. Методика определения кентавра в воздухе рабочей зоны.

2.1. Основные положения

2.1.1. Принципы метода

Определение основано на анализе кентавра методом тонкослойной хроматографии, заключающемся в хроматографировании проб в тонком слое пластин "Силуфол" и обнаружении соединения по реакции с азотнокислым серебром или бромфеноловым реагентом.

Отбор проб воздуха производится с концентрированием.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода

Диапазон определяемых концентраций $0,02-0,15 \text{ мг/м}^3$

Разработчики: Н.И.Рева, А.М.Шмыгина, ВНИИГИНТОКС, г.Киев.

Предел обнаружения—0,5 мкг

Размах варьирования 70–80%

Среднее значение определения стандартных количеств кентавра—80,0%

Относительное стандартное отклонение среднего —7,1%

2.2. Реактивы и материалы

Кентавр (ВНИИХСЭР), 90%.

Хлороформ, хч., ГОСТ 20015–74.

Ацетон, чда., ГОСТ 2603–79.

Гексан, хч., ТУ 6–09–3375–78.

Этилацетат, хч., ГОСТ 22300–76.

Кислота уксусная, хч., ГОСТ 18290–72, 5%-ный водный раствор.

Кислота лимонная, хч., ГОСТ 3652–74, 2%-ный водный раствор.

Аммиак водный, чда., ГОСТ 3760–79.

Серебро азотнокислое, чда., ГОСТ 1277–81.

Бромфеноловый синий, чда., ТУ 6–09–3719–83.

Натрий сернистый безводный, чда., ГОСТ 4166–76.

Вода дистиллированная, ГОСТ 7602–76.

Пластинки "Силуфол" (ЧССР).

Фильтры бумажные беззолные "синяя лента", ТУ 6–09–1678–77,
диаметр 5,5–6,0 см.

Вата гигроскопическая.

2.3. Приборы, посуда

Аспирационное устройство, ТУ 64–1–862–77.

Весы аналитические ВЛА–200М.

Фильтродержатели.

Испаритель ротационный ИР–1М, ТУ 25–11–917–76.

Холодильник бытовой.

Шкаф электрический сушильный, ТУ 64–1–1411–72.

Ваня водяная, ТУ 64–1–2850–76.

Вакуумный водоструйный насос, ГОСТ 10396-75.

Колбы грушевидные, ГОСТ 25336-82, вместимостью 50-100 мл.

Холодильник, ГОСТ 25336-82.

Колбы мерные, цилиндры, мензурки, пробирки, ГОСТ 1770-74.

Колбы конические плоскодонные, ГОСТ 25336-82.

Воронки лабораторные, диаметр 56 мм, ГОСТ 25336-82.

Пипетки, ГОСТ 20292-74, на 1, 5, 10 мл.

Воронки делительные, ГОСТ 25336-82, на 250 мл.

Микропипетки на 0,1; 0,2 мл; ГОСТ 20292-74.

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 25336-82.

Скальпель.

Камера для хроматографирования, ГОСТ 25336-82.

Камера для опрыскивания пластинок, ТУ 25-11-430-70.

Фильтродержатели.

Поглотители, ТУ 25-11-1081-75.

Колба с тубусом, ГОСТ 25336-82.

Воронка Бюхнера, ГОСТ 9147-80

Секундомер, ГОСТ 5072-79.

2.4. Отбор проб

Воздух со скоростью 5 л/мин аспирируют через фильтр "синяя лента", закрепленный в фильтродержателе. Продолжительность отбора пробы - 30 мин. Длительность хранения проб в стеклянной таре в защищенном от света месте не более 5-ти суток.

2.5. Подготовка к определению

2.5.1. Приготовление стандартного раствора кентавра

10,2 мг (98%-ный препарат) кентавра помещают в мерную колбу на 100 мл доводят уксусом до метки. Получают раствор с концентрацией 100 мкг/мл. Годен к употреблению в течение 30 дней.

Рабочие растворы кентавра с концентрацией 2,5; 5,0; 10,0 мкг/мл гото-

вят в градуированных пробирках с пришлифованной пробкой вместимостью 10 мл соответствующим разбавлением ацетоном стандартного раствора.

Хранят рабочие растворы в холодильнике. Годны к употреблению 3-5 дней.

2.5.2. Приготовление растворов проявляющих реагентов, пластинок

1. Раствор азотнокислого серебра в аммиаке и ацетоне.

0,5 г азотнокислого серебра растворяют в 5 мл дистиллированной воды, добавляют 12-15 мл аммиака (плотность 0,9 г/см³) и доводят объем жидкости до 100 мл ацетоном. Раствор хранят на холоде в затемненном месте. Срок хранения 7-10 дней.

2. Бромфеноловый реагент

Готовят два раствора. 1. 0,5%-ный водно-ацетоновый (1:3) раствор азотнокислого серебра. 2. 10 мл 0,05%-ного раствора бромфенолового синего в ацетоне. Раствор 2 разбавляют раствором 1 до объема 100 мл. Годен к употреблению в течение 5-7 дней. После обработки пластинки бромфеноловым реагентом осветляют фон обработкой слоя сорбента свежеприготовленным 2%-ным водным раствором лимонной кислоты или 5%-ным водным раствором уксусной кислоты.

3. Подготовка пластин "Силуфол"

Пластинку "Силуфол" помещают в хроматографическую камеру, содержащую смесь растворителей ацетон-25%-ный аммиак в соотношении 7:3 (об/об). Глубина погружения пластинки в растворитель составляет 0,5 см. После подъема фронта растворителя до верхнего конца пластинки ее вынимают из камеры и выдерживают на воздухе до испарения растворителей. После этого пластинка готова к употреблению. Хранят подготовленные пластинки в эксикаторе над слоем осушителя.

2.6. Проведение определения

2.6.1. Подготовка пробы к анализу

Бумажный фильтр, содержащий кентавр, из фильтродержателя переносят в химический стакан или коническую колбу и заливают 10-15 мл хлороформа.

Экстрагируют пестицид из фильтра в течение 10–15 мин, периодически перемешивая содержимое емкости. Полученный экстракт фильтруют через очищенный безводный сульфат натрия в грушевидную колбу для отгонки растворителя. Экстракцию фильтра повторяют дважды свежими порциями хлороформа, экстракты объединяют в грушевидной колбе. Растворитель испаряют при температуре 60–63°С до объема 1,0–1,5 мл. Остаток растворителя испаряют в токе сжатого воздуха при комнатной температуре.

2.6.2. Хроматографирование

Сухой остаток в колбе растворяют в 1 мл ацетона, закрывают колбу герметично пробкой, перемешивают содержимое, оставляют стоять на 5–7 мин и 0,2 мл полученного раствора наносят микрошпателькой на очищенную пластинку "Силуфол". Рядом с пробой наносят по 0,2 мл каждого рабочего раствора кентавра, что соответствует содержанию в пятне 0,5; 1,0; 2,0 мкг препарата. Пластинку помещают в хроматографическую камеру, куда за 10–15 мин до хроматографирования наливают смесь растворителей гексан-ацетон (4:1) (смесь 1) либо гексан-этилацетат (4:1) (смесь 2) в таком количестве, чтобы глубина погружения пластинки в растворитель составляла 0,5 см. После подъема фронта растворителя от линии старта на высоту 10 см хроматографирование прекращают. Пластинку выдерживают в вытяжном шкафу до испарения растворителей и обрабатывают одним из проявляющих реагентов. При обработке аммиаком серебра пластинку орошают до влажного состояния, выдерживают в вытяжном шкафу 15–20 мин (до исчезновения запаха аммиака) и подвергают УФ-облучению в течение 10–15 мин (нефильтрованные УФ-лучи, лампа ПРК-4). Пластинку помещают на расстоянии 20 см от источника света. При наличии кентавра на хроматограмме проявляются пятна серо-черного цвета. После обработки пластинки бромфеноловым реагентом пластинку опрыскивают раствором лимонной (или уксусной) кислоты. О наличии кентавра в пробе свидетельствует появление в этом случае серо-синего пятна на желтом фоне. Величины R_f кентавра в указан-

ных подвижных растворителях следующие:

гексан-ацетон (4:1) - величина R_f 0,44

гексан-этилацетат (4:1) величина R_f 0,40

Примечание. При содержании кентавра в пробе больше 0,02 мг после испарения хлороформа сухой остаток в колбе растворяют в 2 мл ацетона и анализируют как указано выше.

Количественная оценка проводится путем сравнения площадей и интенсивности окраски пятен пробы и рабочих растворов.

2.6.3. Обработка результатов анализа

Содержание кентавра в анализируемой пробе рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{J \cdot V}{V_{\text{от}} \cdot V_1} \quad , \text{ где}$$

X - концентрация кентавра в воздухе, мг/м^3 ,

J - количество кентавра в пятне пробы, найденное путем сравнения со стандартами, мкг ,

V - окончательный объем экстракта пробы, мл ,

V_1 - объем экстракта пробы, нанесенный на пластинку, мл ,

$V_{\text{от}}$ - объем пробы воздуха (л), отобранный для анализа и приведенный к нормальным условиям в соответствии с ГОСТ 12.1.006-76

$V_{\text{от}}$ рассчитывают по формуле:

$$V_{\text{от}} = \frac{V_t \cdot 293 \cdot P}{(273 + t) \cdot 760} \quad , \text{ где}$$

V_t - отобранный объем воздуха при температуре t в месте отбора пробы, л,

P - атмосферное давление, мм рт.ст.

t - температура воздуха в месте отбора пробы воздуха, $^{\circ}\text{C}$.

3. Требования безопасности

Следует соблюдать все необходимые требования безопасности, рекомендуемые при работе в химических лабораториях.