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.

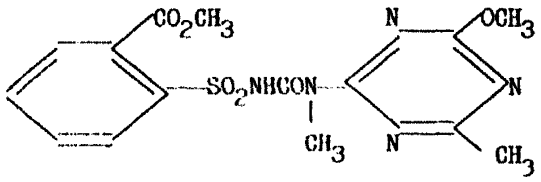
Утверждено Министерством
здравоохранения СССР
" 29 " июля 1991 г
№ 6090-91

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

Гранстар (ДРХ - L5300,экспресс) Метиловый эфир 2-/3-(4-метокси-6-тил-1,3,5-триазин-2-ил)-N-метиламино/карбонил/амино/-сульфонилбензойной слоты.

$C_{15}H_{17}N_5O_6S$

М.м.395,4



Хорошо растворим в ацетонитриле,хлороформе,метаноле,воде (pH 6).При имонении может находиться в воздухе в виде аэрозоля.

1.Характеристика метода

Метод основан на определении гранстара хроматографическими методами ЖХ,ТСХ) после концентрирования из воздуха.

Отбор проб с концентрированием (бумажный фильтр"синяя лента").

Предел измерения в анализируемом объеме пробы 5 мкг (ТСХ); 5 мкг (ГЖХ).

Предел измерения в воздухе 0,01 мг/м^3(при отборе 100 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций 0,01-5 мг/м^3.

Определению не мешают наполнители технического препарата.

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

II.Реактивы,растворы,материалы

Гранстар

Хлороформ, хч.,ГОСТ 20015-74.

Толуол,чда.,ГОСТ 5789-78.

зработчики:Т.А.Кошарновская,Л.Е.Морару,Д.Б.Гиренко,ВНИИГИНТОКС,г.Киев

Этиловый спирт,96%,ТУ 6-09-17-10-77.

Основной стандартный раствор гранстара,содержащий 100 мкг/мл,готовят растворением 10 мг препарата в силиканизированной мерной колбе на 100 мл в хлороформе.Раствор хранят в холодильнике не более месяца.
Рабочие стандартные растворы гранстара 1-10 мкг/мл готовят из основного раствора.

К методу ТСХ

Ацетон,осч .9-5,ТУ 6-09-3513-86.

Бензол,хч.,ГОСТ 5955-81.

Лимонная кислота,ГОСТ 3652-74,2%-ный раствор водный.

Нитрат серебра,ГОСТ 1277-81.

Бромфеноловый синий,ТУ 6-09-1058-76.

Пластинки "Силуфол" (Хемапол,ЧССР).

Бумажные фильтры (синяя лента).

Проявляющий реактив:Раствор А: 100 мг бромфенолового синего растворяют в 10 мл ацетона;Раствор Б: 1 г нитрата серебра растворяют в 40 мл воды и прибавляют 120 мл ацетона.

Растворы А и Б сливают в мерную колбу на 200 мл и доводят до метки ацетоном.

К методу ГЖХ

Трифторуксусный ангидрид,ТУ 6-09-4135-75.

Пиридин,ч.,ГОСТ 13647-78.

Раствор для силиканизирования стеклянной посуды.

Диметилдихлорсилан-30 мл,ТУ 6-09-3278-78,ч.

Триметилхлорсилан-30 мл,ТУ 6-09-14-700-78,ч.,растворяют в 1 л толуола. Разведением в хлороформе.Хранят в силиканизированной посуде в холодильнике не более 5 дней.

III.Приборы и посуда

Электроаспиратор для отбора проб,ТУ 64-1-868-77.

Посуда мерная,ГОСТ 1770-74.

Цилиндры мерные,ГОСТ 1770-74.

Воронки химические,ГОСТ 25336-82.

Колбы грушевидные,ГОСТ 25336-82.

Колбы конические,ГОСТ 25336-82,50,100 мл.

Фильтродержатели.

Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М,ТУ 25-11-917-76.

К методу ГЖХ

Хроматограф с детектором постоянной скорости рекомбинации (тип"Цвет",Газохром или др.).

Микрошприцы на 10 мкл,МШ-10,ТУ 2.833.106.

Колонки стеклянные хроматографические,длиной 1 м,d=3 мм.

К методу ТСХ

Камера хроматографическая,ГОСТ 25336-82.

Пульверизатор стеклянный,ГОСТ 25336-82.

Подготовка стеклянной посуды:

Всю стеклянную посуду перед анализом силиканизируют.Для этого посуду погружают в раствор для силиканизирования на 5 мин.Затем ополаскивают толуолом,несколько раз тщательно промывают этиловым спиртом,дистиллированной водой,снова этанолом и высушивают в сушильном шкафу при t +105°С.По окончании анализа посуду моют раствором детергента,ополаскивая дистиллированной водой.Операцию силиканизирования повторяют через каждые 2 недели непрерывной работы.

IV. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 5 л/мин аспирируют через помещенный в фильтродержатель бумажный фильтр "синяя лента" в течение 20 мин.Рекомендуется отобрать 3 параллельные пробы.Пробы хранят не более 2-х суток.

V.Условия анализа

Бумажный фильтр из фильтродержателя переносят в коническую колбу и заливают 20 мл хлороформа. Встряхивают 20 мин. Экстракцию повторяют дважды. Объединяют хлороформный экстракт, сушат безводным сульфатом натрия и сливают в колбу для отгонки растворителя. Отгоняют растворитель до объема 0,1-0,3 мл при температуре водяной бани не выше 35°С. Далее проводят определение методами ГЖХ или ТСХ.

Определение методом ГЖХ

Удаляют остаток растворителя на воздухе. К сухому остатку пробы приливают 50 мкл трифторуксусного ангидрида и 10 мкл пиридина. Выдерживают приготовленный раствор в течение 30 мин, после чего добавляют 1 мл бензола и 5 мл дистиллированной воды, интенсивно встряхивают в течение 2 мин. После разделения фаз 5 мкл бензольного слоя вводят в хроматограф.

Условия хроматографирования:

Хроматограф с ДПР

Колонка стеклянная, длина 1 м, d=3 мм

Носитель - хроматон N-AW(0,16-0,20 мм)

Неподвижная фаза - 50 ХЕ-60

Температура: испарителя - 220°С, детектора - 220°С, колонки - 160°С.

Скорость газа-носителя - 55 мл/мин(через колонку); 150 мл/мин(на продувку)

Вводимый объем - 5 мкл

Время удерживания фторпроизводного гранстара - 2 мин 15 с

Минимально детектируемое количество - 1 нг.

Расчет концентрации препарата (мг/м^3) в воздухе проводят по формуле:

$$X = \frac{A \cdot V \cdot Hпр}{Hст.V1 \cdot V20}$$

путем сравнения рассчитываемого пика с пиком, полученным при введении.

известного количества стандартного вещества при условии,что пики близки по величине и определение ведется в диапазоне линейности детектора.

А - количество стандартного препарата,введенное в хроматограф,нг;

Нст-высота пика стандартного раствора,мм;

Нпр-высота пика препарата в исследуемой пробе,мм;

V1- объем экстракта,введенный в хроматограф,мкл;

V - общий объем анализируемого экстракта,мл;

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

Определение методом ТСХ

Сконцентрированную пробу количественно наносят при помощи капиллярной пипетки на хроматографическую пластинку так,чтобы диаметр пятна не превышал 1 см.Центр пятна должен быть на расстоянии 2 см от нижнего края пластинки.Справа и слева от пробы наносят стандартные растворы, содержащие 3,5,10 мкг препарата.

Пластинку с нанесенными растворами помещают в хроматографическую камеру в которую за 30мин до хроматографирования залита смесь бензол-ацетон 6:1. После поднятия фронта подвижного растворителя на 10 см,пластинку вынимают и оставляют на несколько минут на воздухе для испарения подвижного растворителя.После этого пластинку обрабатывают из пульверизатора раствором бромфенолового синего,а затем обесцвечивают 2% раствором лимонной кислоты.Препарат проявляется в виде пятна синего цвета на желтом фоне.Величина R_f гранстара $0,45 \pm 0,05$.

Оценку содержания гранстара в хроматографируемой пробе проводят путем сравнения размеров и интенсивности окраски пятен на хроматограммах пробы и стандартов.Для расчета по формуле выбирают пятно на хроматограмме стандарта наиболее близкое по размерам пятну на хроматограмме пробы.

Концентрацию гранстара в воздухе (X) в мг/м^3 вычисляют по формуле:

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

G - количество гранстара, найденное в пробе на пластинке, мкг;

V_1 - общий объем пробы, мл;

V - хроматографируемый объем пробы, мл;

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

V1. Требования безопасности

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