

**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**

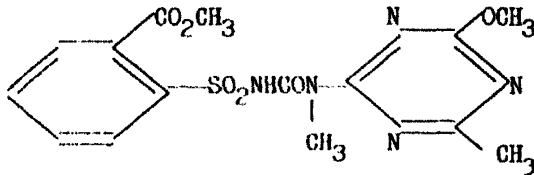
**Сборник № 21
Часть 2-ая**

**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 - I5300, экспресс) Метилловый 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 (рН 6). При ионении 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/м³ (при отборе 100 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций 0,01-5 мг/м³.

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.

работчики: Т. А. Кошарновская, Л. Е. Морару, Д. В. Гиренко, ВНИИГИНТОКС, г. Киев

Этиловый спирт, 96%, ТУ 6-09-17-10-77.

Основной стандартный раствор гранстара, содержащий 100 мкг/мл, готовят растворением 10 нг 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 силиканизуют. Для этого посуду погружают в раствор для силисанирования на 5 мин. Затем ополаскивают толуолом, несколько раз тщательно промывают этиловым спиртом, дистиллированной водой, снова этанолом и высушивают в сушильном шкафу при $t +105^{\circ}\text{C}$. 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°C. 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 бензолного 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 XE-60

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

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/м³) в воздухе проводят по формуле:

$$X = \frac{A \cdot V \cdot \text{Ипр}}{\text{Ист} \cdot V1 \cdot V20}$$

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.

A - количество стандартного препарата, введенное в хроматограф, мг;

Hст-высота пика стандартного раствора, мм;

Hпр-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 30 мин 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/м³ вычисляют по формуле:

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

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

V₁ - общий объем пробы, мл;

V - хроматографируемый объем пробы, мл;

V₂₀ - 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.