

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

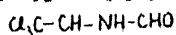
МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ
ТРИФОРИНА В ВОДЕ

I. Характеристика анализируемого пестицида

Активное вещество

I,4 - бис - (I^I- формамидо - 2¹, 2¹, 2^I - трихлорэтил - I^I) -
пиперазин

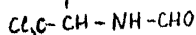
Структурная формула



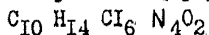
|



|



Эмпирическая формула



Торговое наименование варгол , фунгинекс, трифорин 20.

Молекулярная масса трифорина 434,96.

Трифорин - белое кристаллическое вещество без запаха. Темп. пл. 156-158°C (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°C . Выпускается в виде эмульсионного концентрата трифторина. Токсичность: ^{для} ЛД₅₀ крыс и мышей 6000 мг/кг. Трифторин обладает защитным, куративным, до некоторой степени системным и акарицидным действием. Препарат предназначен для борьбы с мучнистой росой, паршой, ржавчиной, монилиозами и болезнями листьев злаковых, плодовых, овощных и декоративных культур. Можно применять на яблоне (парша и мучнистая роса), на винограде (оидиум и серая гниль) и на огурцах (мучнистая роса).

2. Методика определения трифторина в воде методом тонкослойной хроматографии

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

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

Подвижными фазами служат смеси: н-гексан и ацетон (10:7), ^{или} н-гектан и ацетон (1:2).

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 $80-90^{\circ}\text{C}$ и ультрафиолетовым облучением.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода
 Диапазон определяемых концентраций - 0,1-10 мкг.
 Нижний предел обнаружения трифторина (см таблицу):

	"Силуфол"		Силикагель	
	Проявляющий реактив	Проявляющий реактив	Проявляющий реактив	Проявляющий реактив
	AgNO_3	Фосфорно-молибденовая кислота	A-NO_3	Фосфорно-молибденовая кислота
Из стандартного раствора, трифторин, мкг	0,1	2-3	0,2	3
Нижний предел обнаружения трифторина в воде, мкг в анализируемом объеме воды	0,4	3-4	0,5	5-6

Размах варьирования $R = 95+80 = 15\%$.

Среднее значение определения стандартных количеств пестицидов - 88%.

Стандартное отклонение - 2,5%.

Относительное стандартное отклонение - 0,03.

Доверительный интервал среднего при $p = 0,95$ и $n = 5$,

$L = 88 \pm 3\%$.

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 сернистый безводный.

Пластинки "Смлуфол".

Силикагель Л, ЛСЛ₂₅₄5/40μ

Смесь растворителей № 1. Н-гексан и ацетон = 10:7.

Смесь растворителей № 2. Н-гептан и ацетон = 1:2.

Спирт этиловый.

Стандартный раствор трифторина. 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 100, 150 мл.

Грушевидные колбы для отгонки растворителя.

Лампа ультрафиолетовая марки ОКН-11.

Капилляры для нанесения проб.

Микрошприцы на 1 и 10 микролитров.

Пластинки стеклянные размером 90x120 мм со слоем адсорбента (используются в случае отсутствия пластинок "Смлуфол")

Прибор для отгонки растворителя.

Пудлевизатор стеклянный.

Шкаф сушильный.

цилиндры мерные на 50, 100 мл.

2.4. Подготовка к определению. Приготовление пластинок.

Стеклянные пластинки размером 90x120 мм 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 пластинок проводят нагреванием в сушильном шкафу при 130–140°C в течение 30 мин, непосредственно перед их использованием.

2.5. Проведение определений.

2.5.1. Экстракция.

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

2.5.2. Хроматографирование

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

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

после опрыскивания высушивают при комнатной температуре и облучают ультрафиолетовым светом 5-7 мин. Проявляя с фосфорномолибденовой кислотой, пластинки после опрыскивания высушивают при комнатной температуре, выдерживают в сушильном шкафу 5 мин. при 80-90°C и облучают ультрафиолетовым светом 5-7 мин. При наличии трифорида 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, мм²
- S_2 - площадь пятна пробы, мм²
- 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.).