

СПРАВОЧНИК

МЕТОДЫ  
ОПРЕДЕЛЕНИЯ  
МИКРОКОЛИЧЕСТВ  
ПЕСТИЦИДОВ  
В ПРОДУКТАХ  
ПИТАНИЯ,  
КОРМАХ  
И ВНЕШНЕЙ  
СРЕДЕ

Том 2

СПРАВОЧНИК

МЕТОДЫ  
ОПРЕДЕЛЕНИЯ  
МИКРОКОЛИЧЕСТВ  
ПЕСТИЦИДОВ  
В ПРОДУКТАХ  
ПИТАНИЯ,  
КОРМАХ  
И ВНЕШНЕЙ  
СРЕДЕ

В ДВУХ ТОМАХ

**Том 2**



МОСКВА ВО «АГРОПРОМИЗДАТ» 1992

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ  
КОНЦЕНТРАЦИЙ 1-КАРБАМОИЛ-3(5)-МЕТИЛПИРАЗОЛА  
И 3(5)-МЕТИЛПИРАЗОЛА В ВОЗДУХЕ ПРИ ИХ СОВМЕСТНОМ  
ПРИСУТСТВИИ МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ\***

Краткая характеристика препарата. 1-Карбамоил-3(5)-метилпирозол (КМП) — ингибитор нитрофикации (см. с. 506, т. 1). В воздухе может находиться в виде аэрозоля. В воздухе рабочей зоны ОБУВ КМП 0,5 мг/м<sup>3</sup>.

3(5)-Метилпирозол (МП) — продукт разложения КМП. Легколетуч, давление пара при 25°C 27 Па. В воздухе может находиться в виде паров и аэрозоля. В воздухе рабочей зоны ОБУВ МП 0,5 мг/м<sup>3</sup>.

**Принцип метода.** Определение основано на хроматографировании анализируемых соединений в тонком слое пластинок «Силуфол» с последующим обнаружением зон локализации препаратов путем обработки реактивом Паули после предварительного облучения УФ-светом. Отбор проб проводят с концентрированием (бумажный фильтр «сняя лента», пенополиуретан эластичный).

**Метрологическая характеристика метода.** Предел измерения в воздухе МП 0,04 мг/м<sup>3</sup>, КМП — 0,06 мг/м<sup>3</sup> (при отборе 25 л воздуха). Предел определения в анализируемом объеме пробы 1 мкг для МП и 1,5 мкг для КМП. Диапазон измеряемых концентраций МП 0,04—0,8 мг/м<sup>3</sup>, КМП — 0,06—0,8 мг/м<sup>3</sup>. Среднее значение процента обнаружения 94,5. Доверительный интервал среднего результата при  $p=0,95$  и  $n=5$  равен  $\pm 1,95$ . Граница суммарной погрешности измерения  $\pm 17,45\%$  для МП и  $\pm 18,32\%$  для КМП.

**Избирательность метода.** Определению не мешают соединения, близкие по структуре и области применения, такие, как нитрапирин, 6-хлорпиколиновая кислота, аминотриазол (АТГ).

**Реактивы и растворы.** 1-Карбамоил-3(5)-метилпирозол х. ч. 3(5)-Метилпирозол х. ч. Хлороформ х. ч. Ацетон х. ч. *n*-Гексан х. ч. Сульфаниловая

---

\* Разработаны Ю. А. Бунятяном, М. С. Петросян (Филиал ВНИИГИНТОКС).

кислота безводная ч. д. а. Гидроксид калия х. ч., 10%-ный водный раствор. Гидроксид натрия х. ч., 15%-ный водный раствор. Хлороводородная кислота х. ч. концентрированная. Нитрит натрия х. ч., 10%-ный водный раствор. Перманганат калия х. ч., 3%-ный водный раствор. Иодид калия х. ч., 1%-ный водный раствор. Крахмал растворимый х. ч., 3%-ный водный раствор. Дистиллированная вода. Безводный сульфат натрия х. ч. Пенополиуретан (ППУ) эластичный, бесцветный, очищенный ацетоном (12 ч) и хлороформом (36—48 ч в аппарате Сокслета), кусочки размером 3—5 мм. Фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента», предварительно промытые смесью хлороформ — ацетон — эфир (1:1:1) и высушенные. Подвижная фаза гексан — ацетон (1:1); альтернативная — хлороформ — ацетон (2:1). Стандартные растворы КМП и МП, содержащие 10, 50, 100 мкг/мл.

**Приборы, аппаратура, посуда.** Аспирационное устройство. Фильтродержатель. Ротационный вакуумный испаритель с набором колб. Аппарат Сокслета. Поглотительные трубки гофрированные, стеклянные длиной 7—10 см, наполненные 0,5 г ППУ (кусочки размером 3—5 мм). Воронки лабораторные. Колбы: конические на 50, 100 мл; круглодонные со шлифом на 100, 150 мл. Пластинки хроматографические «Силуфол» УФ<sub>254</sub> размером 15×15 см. Камера хроматографическая. Камера для хлорирования (эксикатор) на 2, 3 л. Пульверизатор стеклянный. Ртутно-кварцевая лампа ПРК-4 или ПРК-2.

**Подготовка к определению.** Приготовление проявляющих реагентов. 1. Диазотированная сульфаниловая кислота (реактив Паули). Сульфаниловую кислоту (5 г) растворяют в 25 мл 10%-ного раствора гидроксида калия. Охлажденный раствор смешивают с 25 мл 10%-ного раствора нитрата натрия. Этот раствор по каплям при перемешивании прибавляют к охлажденной льдом хлороводородной кислоте (40 мл хлороводородной кислоты + 20 мл дистиллированной воды). Выпавший осадок отмывают на воронке Бюхнера этиловым спиртом и сушат на фильтре. При хранении в темной склянке в холодильнике соль устойчива 3 мес. Для опрыскивания пластин непосредственно перед употреблением готовят 1,5%-ный раствор диазотиевой соли в 15%-ном растворе гидроксида натрия.

2. N-галогенирование — подкрахмальный реагент. Раствор для хлорирования. Смешивают равные объемы 3%-ного раствора перманганата калия и 12%-ного раствора хлороводородной кислоты, фильтруют через бумажный фильтр, хранят в холодильнике. Смесь готовят непосредственно перед употреблением. Проявляющий реагент *a* — 1%-ный раствор иодида калия; реагент *b* — 3%-ный раствор крахмала. Непосредственно перед употреблением смешивают растворы *a*, *b* и этиловый спирт в соотношении 2,5:2,5:1. Перед опрыскиванием пластинку на 3—5 мин помещают в эксикатор, содержащий раствор для хлорирования, после чего оставляют на воздухе до удаления паров хлора (около 15 мин) и обрабатывают проявляющим реагентом.

**Отбор проб воздуха.** Исследуемый воздух со скоростью 5 л/мин аспирируют через последовательно соединенные фильтр «синяя лента», помещенный в фильтродержатель, и 2 поглотительные трубки с ППУ. Для определения 1/2 ОБУВ достаточно отобрать 6 л воздуха. Пробы необходимо анализировать сразу.

**Ход анализа.** Фильтр помещают в коническую колбу и заливают 10—15 мл хлороформа, закрывают притертой пробкой, встряхивают и оставляют на 30 мин. Из первой и второй поглотительных трубок ППУ помещают в две разные колбы, приливают в каждую 25 мл хлороформа, закрывают пробками и оставляют на 15 мин при периодическом встряхивании. Экстракт с фильтра и с ППУ обеих поглотительных трубок сливают в колбу ротационного испарителя через слой безводного сульфата натрия. Фильтр и ППУ дважды промывают 5—10 мл хлороформа, тщательно отжимая при этом. Объединенные экстракты упаривают на ротационном испарителе при темпе-

ратуре бани не выше 30 °С до объема 0,1—0,2 мл. Остаток количественно наносят на хроматографическую пластинку.

**Условия хроматографирования.** Справа и слева от пробы наносят на хроматографическую пластинку стандартные растворы КМП и МП (в одну точку), содержащие 1, 3, 5, 7 и 10 мкг соединений. Пластинку помещают в хроматографическую камеру со смесью гексан—ацетон (1 : 1). После поднятия фронта растворителя на 10 см пластинку вынимают из камеры и оставляют на воздухе для испарения подвижного растворителя. После этого пластинку подвергают УФ-облучению в течение 40—45 мин и обрабатывают из пульверизатора рабочим раствором реактива Паули (на одну пластинку расходуется 1,5—2 мл реактива). Зоны локализации КМП и МП обнаруживаются в виде красных пятен на белом фоне. Окраска пятен МП устойчива в течение нескольких дней, а КМП—5—10 мин. Величина  $R_f$  для КМП— $0,8 \pm 0,02$ ; для МП— $0,5 \pm 0,02$ . Альтернативные условия хроматографирования: подвижная фаза хлороформ—ацетон (2 : 1), УФ-облучение в течение 45 мин. Затем пластинку помещают в камеру с хлорирующей смесью на 3—5 мин и проявляют иодкрахмальным реагентом.

**Обработка результатов анализа.** Количество препарата в пробе определяют, сравнивая интенсивность окраски и площади пятен пробы и стандартного раствора. Линейность детектирования соблюдается для КМП в интервале 1—20 мкг, а МП—0,5—20 мкг. Концентрацию препарата в воздухе ( $X$ , мг/м<sup>3</sup>) вычисляют по формуле

$$X = \frac{G}{V_{20}},$$

где  $G$ — количество препарата, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;  $V_{20}$ — объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

**Требования техники безопасности.** Соблюдать все необходимые требования безопасности при работе в химических лабораториях.