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 № 24

МОСКВА
ЦЕНТР НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ИНФОРМАЦИИ,
ПРОПАГАНДЫ И РЕКЛАМЫ
1996 г.

gost.e-ecolog.ru

"Утверждено" Министерством здравоохранения СССР

"29" июля 1991 г.

N 6260-91.

Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации имазаметабенз-метила в воздухе рабочей зоны.

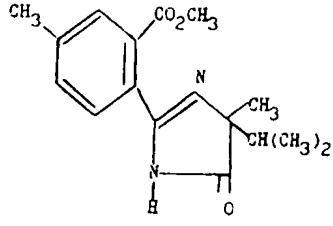
1. Краткая характеристика препарата.

Химическое название: Имазаметабенз-метил.

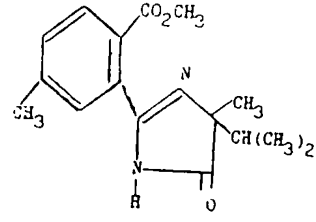
Смесь изомеров: метил-6-(4-изопропил-4-метил-5-оксо-2-имидазолин-2-ил)-m-толуат; метил -6-(4-изопропил-4-метил-5-оксо-2-имидазолин-2-ил)-p-толуат (смесь изомеров).

Торговое название Ассерт, фирма Цианамид, США.

Структурная формула:



м-изомер



р-изомер

Эмпирическая формула: $C_{16}H_{20}N_2O_3$

Молекулярная масса - 288,35.

Соотношение изомеров: р:м=63:37 (не более)

р:м=56:44 (не менее).

Рекомендован для применения на зерновых культурах.

2. Методика определения имазаметабенз-метила в воздухе рабочей зоны газожидкостной хроматографией.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Разработчики: Н.И.Киселева, Н.П.Пархомчук,С.И.Гнед (УкрНИИГИНТОКС, г.Киев).

Определение основано на хроматографировании исследуемого соединения на неподвижной фазе SE-30 с использованием для регистрации препарата детектора постоянной скорости рекомбинации электронов (ДПР).

2.1.2. Метрологическая характеристика метода.

Предел измерения в анализируемом объеме пробы - 1мкг.Предел измерения в воздухе - 0,5 мг/м^3 (при отборе 2 л воздуха). Диапазон измеряемых концентраций - 0,5-5,0 мг/м^3. Определению не мешают наполнители технического препарата. Граница суммарной погрешности измерения - ± 10%. Ориентировочный безопасный уровень воздействия ассерта в воздухе - 1,0 мг/м^3.

2.2. Реактивы, растворы, материалы.

Ассерт, х.ч.

Ацетон, х.ч., ГОСТ 2603-79.

Метиловый спирт, х.ч.

Иматаметабенз, ан. стандарт, фирма Цианамид.

Соляная кислота, 1%-ный водный раствор.

Хлороформ, ГОСТ 20013-74.

Газ-носитель (азот особой чистоты), ГОСТ 9293-74.

Гидроокись натрия, 5М раствор.

Сернокислый натрий, безводный, свежепрокаленный, ГОСТ 4166-76.

Стандартный раствор имазаметабенза в ацетоне - 0,5 мкг/мл.

Смесь для экстракции: 1%-ная HCl в смеси с ацетоном и метанолом при соотношении 1:1:к 1 л метанола прибавляют 1 л ацетона и 20 мл концентрированной HCl и смешивают.

2.3. Приборы и посуда.

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

Фильтродержатели.

Ротационный испаритель с набором колб, марки ИР-1М ТУ 25-11-917-76.

Поглотительный прибор с пористой пластинкой N 1.

Микропипетки, ГОСТ 1770-74.

Микрошприц емкостью 10 мкл.

Колбы мерные на 50 мл, ГОСТ 1770-74.

Воронки химические фильтровальные, ГОСТ 8613-75, d=90 мм.

Воронки делительные, 250 мл, ГОСТ 8313-75.

Колбы конические, 100, 250 мл, ГОСТ 8613-75.

Мерные пипетки, 1, 2, 5, 10, 50 мл.

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74.

Стеклянная колонка длиной 1 м, диаметр 3 мм, заполненная неподвижной фазой SE-30 (5%) на хроматоне N-AW DMCS (0,16-0,20 мм).

Фильтры бумажные, беззольные (синяя лента), ТУ 6-09-1678-77.

Хроматограф "Кристалл-2000" или аналогичный, снабженный детектором постоянной скорости рекомбинации электронов (ДПР) или детектором по захвату электронов.

2.4. Условия отбора проб воздуха.

Воздух со скоростью 1 л/мин последовательно аспирируют через помещенный в фильтродержатель бумажный фильтр "синяя лента" и для поглощения паров через поглотительный прибор, содержащий 50 мл смеси для экстракции. Для определения 1/2 ОБУВ достаточно отобрать 2 л воздуха.

2.5. Описание определения.

После проведения аспирирования бумажный фильтр вынимают из фильтродержателя, измельчают, помещают в коническую колбу и заливают 10 мл смеси для экстракции. Встряхивают в течение 15 мин. Декантируют раствор, а пробу заливают новой порцией смеси и повторно встряхивают 15 мин. Декантируют раствор. Экстракты препарата, извлеченного из фильтра и раствор из поглотительного прибора объединяют.

С помощью 5 М раствора NaOH устанавливают pH раствора равным 3,5. После этого раствор переносят в делительную воронку, прибавляют 25 мл хлороформа и 25 мл дистиллированной воды, встряхивают в течение 5 минут. После разделения фаз отделят нижний хлороформенный слой. Экстракцию повторяют еще дважды хлороформом по 25 мл. Хлороформенные экстракты объединяют, сушат безводным сернокислым натрием.

Объединенный экстракт, содержащий пестицид фильтруют в колбу для отгонки растворителя через прокаленный сернокислый натрий, помещенный в воронку, содержащую подложку из обезжиренной ваты.

Хлороформ отгоняют на ротационном испарителе под вакуумом до объема 0,2-0,3 мл, оставшийся растворитель удаляют в токе азота особой чистоты досуха. Полученный сухой остаток растворяют в 1 мл ацетона. Из этого раствора аликвоту - 2-3 мкл вводят в газовый хроматограф.

2.6. Условия хроматографирования.

Длина колонки - 1 м.

Диаметр колонки - 3,0 мм.

Твердый носитель - хроматон N-AW (0,16-0,20 мм).

Жидкая фаза - 5% SE-30.

Температура колонки - 240° С.

Температура испарителя - 275° С.

Температура детектора - 250° С.

Газ-носитель - азот особой чистоты.

Скорость газа-носителя через колонку - 40 мл/мин.

Скорость диаграммной ленты - 240 мм/час.

Объем вводимой пробы - 2-3 мкл.

Шкала - 20.10^{-12} а.

Линейный диапазон детектирования - 1,0-10,0 нг.

Время удерживания имазаметабенз-метила - 62 сек (основной пик).

2.7. Расчет результатов анализа.

Количественное определение пестицида проводят по методу абсолютной калибровки.

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

$$X=\frac{A.V_1.Hпр}{Hст.V.V_{20}}$$, где

А - количество препарата во введенном в хроматограф стандартном растворе, мкг;

Нст - высота пика стандартного раствора препарата, введенного в хроматограф, мм;

Нпр - высота пика препарата в исследуемом растворе пробы, мм;

V_1 - общий объем пробы, мл;

V - объем экстракта, введенный в хроматограф, мкл;

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

3. Требования техники безопасности.

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

gost.e-ecolog.ru