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.

gost.e-ecolog.ru

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

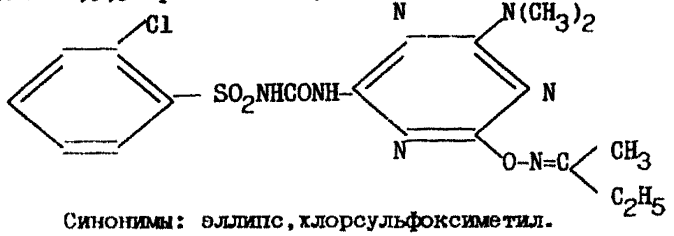
Сборник № 21
Часть 2-ая

МОСКВА
ЦЕНТР НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ИНФОРМАЦИИ,
ПРОПАГАНДЫ И РЕКЛАМЫ
1994 г.

Утверждено Министерством
здравоохранения СССР
" 29 " июля 1991 г
№ 6083-91

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

Препарат эллипс (хлорсульфоксиметил) - действующее начало - N-(О-хлорфенилсульфонил-N'-(1-диметиламино-6-(α-метил)пропилиденимичо-окси-1,3,5-триазин-2-ил)мочевина



$C_{16}H_{20}ClN_7O_4S$

М.м.441,5

Синонимы: эллипс, хлорсульфоксиметил.

Химически чистое соединение - белое кристаллическое вещество без запаха. Т пл. 173°С.

Ограниченно растворим в этиловом спирте, ацетоне, хлороформе, хорошо растворим в диметилсульфоксиде. Плохо растворим в воде.

Степень чистоты - 96,67%.

Препарат "эллипс" - светло-желтая прозрачная жидкость со слабым аминным запахом, плотность - 1,103 г/см^3. Растворим в воде.

ДОК, ПДК, МДУ эллипса в настоящее время не установлены.

Характеристика метода

Определение основано на хроматографировании анализируемого препарата в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зон локализации вещества после обработки раствором бромфенолового синего с нитратом серебра.

Отбор проб производится с концентрированием на бумажный фильтр "синяя лента".

Предел измерения в анализируемом объеме 1 мкг.

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

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

Диапазон измеряемых концентраций 0,01-0,1 мг/м^3.

Определению не мешают наполнители технического препарата.

Граница суммарной погрешности $\pm$20%.

Реактивы,растворы,материалы

Ацетон,осч.9-5,ТУ 6-09-3513-86.

Бензол,хч.,ГОСТ 5955-81.

Хлороформ,хч.,ТУ 6-09-4263-76.

Сульфат натрия безводный,ГОСТ 4166-76.

Нитрат серебра,ГОСТ 1277-81.

Бромфеноловый синий,ТУ 6-09-1058-76.

Пластинки "Силуфол" (Хемапол,ЧССР).

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

Бумажный фильтр "синяя лента",ТУ 6-09-1678-77.

Подвижная фаза бензол-ацетон 4:1 или гексан-ацетон 1:1.

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.

Основной стандартный раствор *эллипса*,содержащий 100 мкг/мл,готовят растворением 10 мг препарата в мерной колбе на 100 мл в хлороформе. Все растворы хранят в холодильнике не более 1 месяца.

Приборы и посуда

Электроаспиратор для отбора проб воздуха,ТУ 64-1-862-77.

Ротационный вакуумный испаритель для отгонки растворителей, ТУ 25-11-917-76.

Воронки химические,ГОСТ 25336-82.

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

Посуда мерная,ГОСТ 1770-74.

Камера хроматографическая,ГОСТ 25336-82.

Пульверизатор стеклянный,ГОСТ 25336-82.

Фильтродержатель.

Штатив,ТУ 64-1-707-71.

Подготовка к анализу

Пластинку "Силуфол" помещают в хроматографическую камеру,содержащую смесь растворителей ацетон-25% ный аммиак в соотношении 7:3(об/об). Глубина погружения пластинки в растворитель составляет 0,5 см. После подъема фронта растворителя до верхнего края пластинки ее вынимают из камеры и выдерживают на воздухе до испарения растворителей. После этого пластинка готова к употреблению.Хранят подготовленные пластинки в эксикаторе.

Условия отбора проб воздуха

Исследуемый воздух аспирируют со скоростью 5 л/мин в течение 20 мин через фильтродержатель с бумажным фильтром "синяя лента".

Рекомендуется отобрать 3 параллельные пробы.Пробы хранят в холодильнике не более 2 суток.

Условия анализа

После аспирации фильтр переносят в коническую колбу,приливают 20 мл хлороформа,встряхивают 15 мин.Экстракцию повторяют дважды.Сушат хлороформный экстракт безводным сульфатом натрия,переносят в колбу для концентрирования и отгоняют растворитель до объема 0,2-0,3 мл.Досуха удаляют растворитель на воздухе.Далее проводят определение методом ТСХ.

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.Рядом с пробой наносят стандартные растворы,содержащие 1,2,5,10 мкг препарата.

Пластинку с нанесенными растворами помещают в хроматографическую камеру,в которую за 30 мин до хроматогрграфирования залита смесь бензол-ацетон 4:1.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%-ным раствором лимонной кислоты.

Препарат проявляется в виде пятна синего цвета на желтом фоне.

Величина R_I=0,43(бензол-ацетон 4:1),R_I=0,63 (гексан-ацетон 1:1).

Линейный диапазон измерения 1-10 мкг.

Количество препарата в пробе определяют сравнением интенсивности окраски и площади пятен пробы и стандартного раствора.Если содержание препарата в пробе превышает верхнюю границу диапазона (10 мкг),то для нанесения на пластинку необходимо брать аликвотную часть элюата (0,1-0,2) параллельной пробе.

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

$$X=\frac{J}{V_{20}}, \text{ где}$$

J -количество препарата,найденное в хроматографируемом объеме,мкг;

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

Требования безопасности

Выполняются в соответствии с "Правилами устройства,техники безопасности,производственной санитарии,противоэпидемического режима и личной гигиены при работе в лабораториях (отделениях,отделах) санэпидучреждений системы МЗ СССР" № 2255-81 от 20.10.81 г.

gost.e-ecolog.ru