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 1991г.

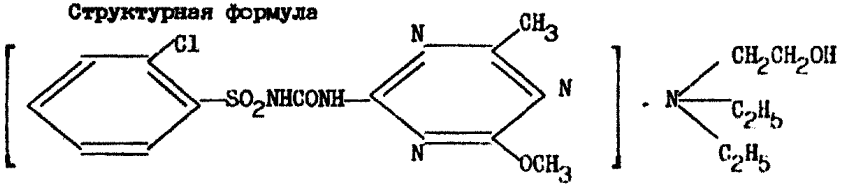
№ 6081-91

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ЭКСПРОМТА В ВОЗДУХЕ МЕТОДОМ ХРОМАТОГРАФИИ

Экспромт- смесь препаратов хардин (12,5% по мочевине) и грамекс (12,5% по мочевине) в соотношении 3:1 (весовые).

Действующее вещество хардина - комплекс диэтилэтаноламина и N - (2-хлор-бензол-сульфонил)-N'-(6-метокси-4-метил-1,3,5-триазин-2-ил)мочевины (хлорсульфурона).

Структурная формула



Эмпирическая формула $C_{12}H_{12}ClN_5O_4S \cdot C_6H_5NO$

Молекулярная масса 474,5.

Синонимы: глин ХСТТ, хлорсульфурон.

Хардин-препарат,представляющий собой раствор действующего вещества в смеси вода-триэтиленгликоль (1:1,вес %) с добавкой 0,4% ОП-10. Содержание комплекса в растворе 16,5$^{\pm}$ 0,5% (вес). Плотность препарата при 20°С - 1115-1125 кг/м^{3}. Температура кипения -100°С, хорошо растворим в воде, в полярных растворителях коагулирует,с неполярными не смешивается, нелетуч, в водных растворах устойчив в течение года, при разбавлении водой на свету при pH 5-7 и 20°С разлагается.

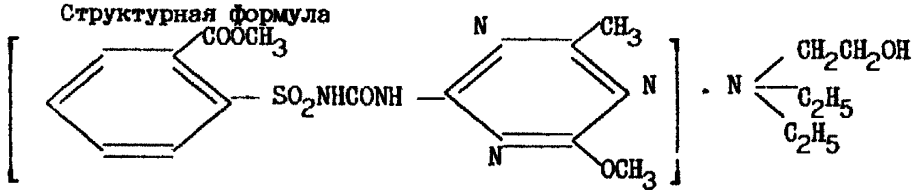
Разработчики:Д.Б.Гиренко,Т.А.Кошарновская,ВНИИГИНТОКС,г.Киев

Хлорсульфурон-белое кристаллическое вещество.Эмпирическая формула $C_{12}H_{12}ClN_5O_4S$. Молекулярная масса_357,78,температура плавления-174-178°C.

Растворимость в толуоле -0,3%, метаноле- 1,8%,ацетоне 7,0%.Препарат выпускается в виде аминных солей (диметиламинная,изопропиламинная, моноэтаноламинная).

Степень чистоты -96-98%.Действующее вещество препарата грамекс-комплекс диэтаноламина и N-O(метил-карбокси-сульфонил)-N'-(4-метил-6-метокси-1,3,5-триазин-2-ил)мочевины.

Структурная формула



Эмпирическая формула $C_{14}H_{18}O_6N_5S\cdot C_6H_{15}NO$

Молекулярная масса 498,92

Химически чистый грамекс-кристаллическое вещество слабо-желтого цвета,без запаха,температура плавления 162-164°C.

Эмпирическая формула $C_{14}H_{18}O_6N_5S$.

Молекулярная масса 381,36.

Препарат хорошо растворим в ацетоне.Степень чистоты-99,1%.

Препарат экспромт представляет собой светло-желтую,прозрачную жидкость со слабым аминным запахом,плотность 1,116 г/см^3,растворим в воде.

1.Характеристика метода

Определение основано на хроматографировании анализируемого препарата в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зон локализации вещества после обработки раствором бромфенолового синего и 2% ным раствором лимонной кислоты.

Отбор проб производится с концентрированием.

Предел измерения в анализируемом объеме 1мкг(ТСХ).

Предел измерения в воздухе0,01мг/см^3(при отборе 100 л).

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

Определению не мешают наполнители технического препарата.

Граница суммарной погрешности не превышает $\pm$20%.

2.Реактивы,растворы,материалы

Ацетон,ос.ч.9-5,ТУ 6-09-3513-86.

Бензол,хч.,ГОСТ 5955-81.

Хлороформ,ч.,ГОСТ 5955-81.

Сульфат натрия безводный,ГОСТ 4166-76.

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

Нитрат серебра,ГОСТ 1277-81.

Бромфеноловый синий,ТУ 6-09-1058-76.

Пластинки"Силуфол"(Хемапол,ЧССР).

Проявляющий реактив.Раствор А:100 мкг 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 экспромта, содержащий 100 мкг/мл, готовят растворением 10 мг препарата в мерной колбе на 100 мл в этиловом спирте. Растворы хранят в холодильнике не более 1-го месяца.

3. Приборы и посуда

Электроаспиратор для отбора проб воздуха,ТУ-64-1-868 77.

Ротационный вакуумный испаритель для отгонки растворителей, ТУ 64-1-8-77.

Воронки химические, ГОСТ 25336-82.

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

Посуда мерная по ГОСТ 1770-74.

Камера хроматографическая,ГОСТ 25336-82.

Пульверизатор стеклянный,ГОСТ 25336-82.

Фильтродержатель.

Штатив,ТУ 64-1-707-71.

4. 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.

5. 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 0,2-0,3мл. 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. Справа и слева наносят стандартные растворы пестицида, содержащие 1,2,5,10 мкг препарата.

Пластинку с нанесенными растворами помещают в хроматографическую камеру, в которую за 30 мин до хроматографирования 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% раствором лимонной кислоты.

Препарат проявляется в виде пятна синего цвета на желтом фоне.

Линейный диапазон измерения 1-10 мкг.

Величина R_I - 0,33.

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 (0,1-0,2 мл) параллельной пробы.

Концентрацию экспромта 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.

6. 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.

gost.e-ecolog.ru