УТВЕРЖДЕНО

МИНИСТЕРСТВОМ

ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

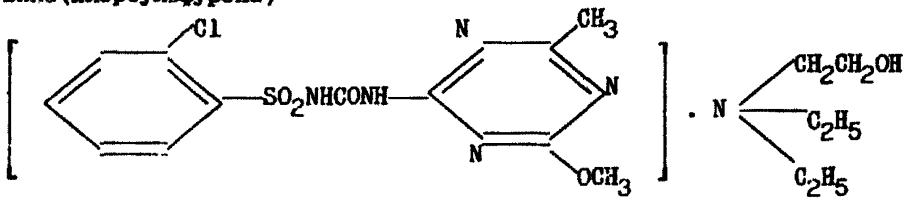
" " 29 июля 1991г.

№ 6071-91

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

Харелли - смесь препарата хардин (12,5% по мочевине) и эллипс (11,69% по мочевине) в соотношении 2:1 (весовые).

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



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

Синонимы:глин ХСТТ,хлорсульфурон.

Хорошо растворим в воде, в полярных растворителях коагулирует,с неполярными не смешивается,нелетуч,в водных растворах в течение года, при разбавлении водой по свету при ph 5-7 и 20^{0}С разлагается.

ОБУВ в воздухе-5 мг/м^3.

Хлорсульфурон-белое кристаллическое вещество.Эмпирическая формула $C_{12}H_{12}ClN_5O_4S$,молекулярная масса 357.78,$T_{пл}$ 174-178^{0}С.Растворимость в толуоле-0,3%, в метаноле 1,8%,ацетоне-7,0%.Препарат выпускается в

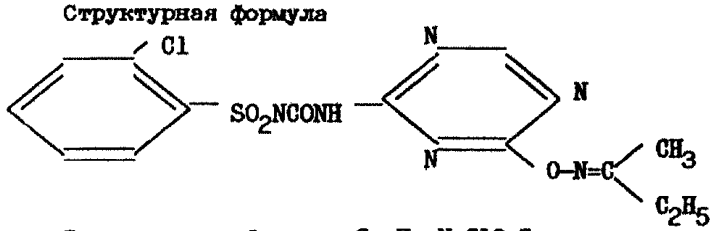
Разработчики:Д.Б.Гиренко,Т.А.Кошарновская,Л.Е.Морару,ВНИИГИНТОКС,г.Киев

gost.e-ecolog.ru

виде аминных солей (диметиламинная,изопропиламинная,моноэтаноламинная). Степень чистоты-96-98%.

Действующее вещество эллипса-N-(о-хлорфенилсульфонил)-N'-(-диметиламино-6-(α-метил)-пропилидениминоокси-1,3,5-триазин-2-ил)мочевина.

Структурная формула



Эмпирическая формула $C_{12}H_{22}N_7ClO_4S$

Молекулярная масса-441,5

Синонимы:эллипс,хлорсульфоксиметил.Химически чистое соединение-белое кристаллическое вещество,твердое без запаха.$T_{пл}$173°C.Плохо растворим в воде,этиловом спирте,ацетоне,хлороформе,хорошо-в диметилсульфоксиде.Степень чистоты-96,67%.

Препарат "харелли" представляет собой светло-желтую прозрачную жидкость со слабым аммиачным запахом,плотность-1,14 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.

Отбор проб производится с концентрированием.

Предел измерения в воздухе 0,005 мг/м^3 (при отборе 100 л).

Диапазон измеряемых концентраций 0,005-0,04мг/м^3.

Определению не мешают наполнители технического препарата.

Граница суммарной погрешности $\pm$20%.

2.Реактивы,растворы,материалы

Хардин (хлорсульфурон),кристал.(ВНИИХСЗР)96-98%

Эллипс (ВНИИХСЗР)96,67%

Ацетон,осч.9-5,ТУ 6-09-3513-86.

Бензол,хч.,ГОСТ 5955-91.

Хлороформ,ч.,ГОСТ 5955-81.

Сульфат натрия безводный,ч.,ГОСТ 4166-76.

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

Нитрат серебра,ГОСТ 1277-81.

Бромфеноловый синий,ТУ 6-09-1058-76.

Пластинки "Силуфол" (Хемапол,ЧССР).

Проявляющий реактив.Раствор А:100 мг бромфенолового синего растворяют в 10 мл ацетона.

Раствор Б:1 г нитрата серебра растворяют в 40 мл дистиллированной воды и прибавляют 120 мл ацетона.

Растворы А и Б сливают в мерную колбу на 200 мл и доводят до метки ацетоном.

Стандартные растворы пестицидов концентрации 100 мкг/мл готовят растворением соответствующей навески препарата в ацетоне (или этиловом спирте) в мерной колбе на 100 мл.Раствор хранить в холодильнике. Годен к употреблению в течение 30 дней.

Пластинку "Силуфол" помещают в хроматографическую камеру,содержащую смесь растворителей ацетон-25% 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.

3.Приборы и посуда

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

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

Воронки химические,ГОСТ 25336-82.

Колбы конические,ГОСТ 1770-74,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.

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 по 0,2 мл каждого раствора пестицида,что соответствует содержанию в пятне 0,5;1,0;2,0;4,0 мкг каждого препарата (раствора хардина и эллипса одинаковой концентрации в одну точку).

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.О наличии харелли в пробе свидетельствует проявление на хроматограмме синего пятна хардина и эллипса (в зависимости от содержания харелли в пробе).Величина R_f=0.33 для хардина, R_f=0,43 для эллипса.Линейный диапазон измерения 0,5-4 мкг.

Количественная оценка хардина,эллипса,являющийся действующими веществами харелли,проводится путем сравнения площадей и интенсивности окраски пятен пробы и рабочих растворов пестицидов.Концентрацию каждого пестицида в анализируемом воздухе расчитывают по формуле:

$$X = \frac{\varphi \cdot}{V_{20}}$$,где

X-концентрация хардина,эллипса в исследуемой пробе,мг/м^3;

φ-количество хардина,эллипса,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 утройства,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