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

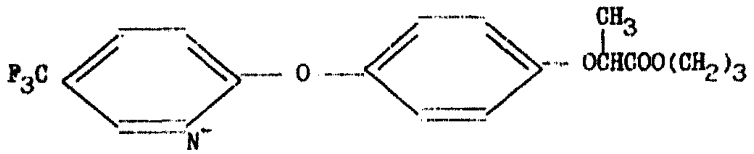
Сборник № 21
Часть 2-ая

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

УТВЕРЖДЕНО
МИНИСТЕРСТВОМ
ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР
"29" июля 1991г.
№ 6088-91

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

Фюзилад-бутил-2[4-(5-трифторметилпиридин-2-окси)фенокси]пропионат.



$C_{19}H_{20}F_3NO_4$

М.м. 383,4

Фюзилад жидкость светло-желтого цвета .Форма препарата :25% эмульгирующий концентрат .Температура кипения 170°С.Устойчив 6 месяцев при температуре 37°С.Растворимость в воде 2 мг/л:,полностью смешивается с ацетоном,циклогексаном,гексаном,метанолом,ксилолом,дихлорметаном.

Препарат малотоксичен для млекопитающих,$ЛД_{50}$для крыс 3228 мг/кг.Фюзилад применяются для борьбы с однолетними и многолетними злаковыми сорняками на посевах сахарной свеклы,подсолнечника и других овощных культур.

ПДК фюзилада в воздухе рабочей зоны не установлена.

Характеристика метода

Определение фюзилада основано на хроматографическом выделении его в тонком слое пластинок "Силуфол"с последующим проявлением бромфеноловым реагентом.

Отбор проб проводится с концентрированием на бумажных фильтрах.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме 1 мкг.

Разработчик:Ж.А.Арутюнян,Арм.НИИЗР,г.Ереван.

Нижний предел измерения 0.02мг/м^{3}при отборе 50л воздуха.

Диапазон измеряемых концентраций 0,02-0,30 мг/м^3.

Погрешность измерения не превышает $\pm$20%.

Избирательность метода

Метод специфичен и другие соединения при данных условиях хроматографирования определению не мешают.

Реактивы,растворы,материалы

Ацетон,хч,ГОСТ 2603-79.

Бензол,чда,ГОСТ 5955-75.

Бромфеноловый синий водорастворимый,ТУ-6-09-4530-77.

н-Гексан,хч,ТУ 6-09-3875-78.

Лимонная кислота,осч,ГОСТ 908-79.

Натрий сернокислый безводный,ч,ГОСТ 4166-76.

Серебро азотнокислое,ГОСТ 1277-81.

Фильтры бумажные обеззоленные"Синяя лента",ГОСТ 6-09-1678-77.

Пластинки"Силуфол"УФ-254(ЧССР).

Стандартный раствор фозилада в гексане или ацетоне с содержанием 100мкг/мл.Хранить в холодильнике не более 4 месяцев.

Проявляющий реагент:а)смешиваются равные объемы 2%-ного водного раствора азотнокислого серебра и 0,4%-ного раствора бромфенолового синего в ацетоне;б)4%-ный водный раствор лимонной кислоты.

Приборы,аппаратура,посуда

Аппарат для встряхивания проб АВУ-1,ТУ 64-11081-83.

Вакуумно-ротационный испаритель.ИР-1М,ТУ 2511-917-76.

Аспирационное устройство,ТУ-64-1862-77.

Микропипетки,ГОСТ 20292-74,на 0,1мл.

Колбы мерные,ГОСТ 1770-74,на 100мл.

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

Воронки химические,ГОСТ 25336-82.

Цилиндры мерные,ГОСТ 1770-74,на 25-100 мл.

Камера хроматографическая,ГОСТ 25336-82.

Пульверизаторы стеклянные,ГОСТ 25336-82.

Подготовка к определению

Все органические растворители перед употреблением подлежат очистке.

Фильтры "синяя лента" и губку предварительно тщательно промывают смесью хлороформа с ацетоном в объемном отношении 1:1 и высушивают.

Отбор проб

Воздух со скоростью 5 л/мин протягивают через фильтры "синяя лента" и губку в течение 10 мин (50 л воздуха).Анализы необходимо проводить сразу после отбора проб.

Проведение анализа

Экстракция

Фильтры и губку переносят в коническую колбу и трижды экстрагируют гексаном (по 20 мл),встряхивая на аппарат по 15 мин.Объединенные экстракты сушат безводным сульфатом натрия,концентрируют на ротационном испарителе до 0,1-0,3 мл и наносят на пластинку.

Хроматографирование

Пробу количественно переносят на пластинку микропипеткой,рядом наносят стандартный раствор и ставят в камеру,предварительно насыщенную парами подвижного раствора (смесь бензола,гексана и ацетона в отношении 10:10:0,65).

После поднятия фронта растворителя на 14 см,пластинку снимают,проветривают на воздухе и опрыскивают бромфеноловым реагентом.Для осветления фона,пластинку обрабатывают также 4%-ным водным раствором лимонной кислоты.Физилад проявляется в виде синего пятна на бледном фоне пластинки с R_f =0,48-0,50.Линейный диапазон измерения 1-10 мкг.

Обработка результатов анализа

Количественная оценка проводится путем сравнения интенсивности окраски и площади пятна пробы и стандартных растворов.

Концентрацию фозилада в воздухе вычисляют по формуле:

$$X = \frac{A}{V_{20}}$$, где

X - содержание препарата в пробе, мг/м^3;

A - количество фозилада, найденное путем сравнения со стандартами, мкг;

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

Требования техники безопасноти

Соблюдать все необходимые требования безопасности при работе в химических лабораториях, а также правила устройства, техники безопасности производственной санитарии, противоэпидемического режима и личной гигиены при работе в лабораториях, отделениях, отделах санитарно эпидемиологических учреждений системы МЗ СССР (№ 2455-81 от 20.10.81г.).

gost.e-ecolog.ru