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

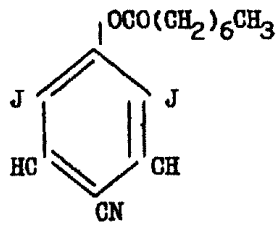
Сборник № 21
Часть 2-ая

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

Утверждено Министерством
здравоохранения СССР
" 29 " июля 1991 г
№ 6089-91

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

Тотрил(иоксинил октаноат)-4-циано-2,6-дийодофенил октаноат:



$C_{11}H_{17}J_2NO$

М.м. 447,1

Химически чистое соединение представляет собой воскообразное вещество кремового цвета. Температура плавления 59-60°С. Практически нерастворим в воде; растворимость в ацетоне -100, метаноле -90, ксилоле 500 г/л.

Среднетоксичен: $ЛД_{50}$ для крыс 390 мг/кг.

Уничтожает однолетние двудольные сорняки (щирица, лебеда, марь белая, пастушья сумка, звездчатка).

ПДК или ОБУВ тотрила в воздухе рабочей зоны еще не утверждены.

Выпускается в виде 25% концентрата эмульсии.

Характеристика метода

Определение основано на хроматографическом выделении тотрила в тонком слое пластинок "Силуфол" с последующим обнаружением зон локализации препарата путем последовательной обработки пластинок аммиаком, УФ-светом и 10%-ным раствором перекиси водорода.

Отбор проб проводится с концентрированием на бумажных фильтрах и пенополиуретан.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме 1 мкг.

Предел обнаружения - 0,02 мг/м^3 (при отборе 50 л воздуха).

Диапазон определяемых концентраций -0,02-0,2 мг/м^3.

Разработчик: Ж.А.Арутюнян, АрмНИИЗР; г.Ереван

Границы суммарной погрешности не превышают $\pm$20%.

Избирательность метода

При данных условиях хроматографирования другие соединения определению не мешают.

Реактивы,растворы,материалы

Ацетон,хч.,ГОСТ 2603-79.

Аммиак водный,чда.,ГОСТ 3760-79.

Бензол,чда,ГОСТ 5955-75.

н-Гексан,хч.,ТУ 6-09-3875-78.

Перекись водорода,хч.,ГОСТ 10929-76.

Натрий сернокислый безводный,ч.,ГОСТ 4166-76.

Хлороформ,хч.,ТУ 6-09-4263-76.

Фильтры бумажные обеззолонные "синяя лента",ТУ 6-09-1678-77.

Пластинки "Силуфол" УФ-254.

Стандартный раствор тотрила в бензоле с содержанием 100,10,1 мкг/мл: хранить в холодильнике не более 3-х месяцев.

Проявляющий реактив-10%-ный раствор перекиси водорода.

Приборы,аппаратура,посуда

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

Вакуумный ротационный испаритель ИР-1М,ТУ 2511-917-74.

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

Ртутно-кварцевая лампа ПРК-2 или ПРК-4,ТУ 16-535-280-74.

Микропипетки на 0,1 мл,ГОСТ 20292-74.

Колбы мерные на 100 мл,ГОСТ 1770-74.

Колбы конические на 100 мл,ГОСТ 20292-82.

Воронки химические,ГОСТ 29932-74.

Цилиндры мерные емкостью 25,50,100 мл,ГОСТ 1770-74.

Камера хроматографическая,ГОСТ 25336-82.

Камеры для насыщения пластинок парами аммиака.

Пульверизаторы стеклянные,ГОСТ 10391-79.

Подготовка к определению

Камеру для насыщения пластинок парами аммиака готовят за полчаса до употребления.

Все органические растворители для использования подлежат очистке и выпариванию по общепринятым методам.

Фильтры "синяя лента" предварительно промывают смесью хлороформ-ацетон (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,трижды по 20 мл бензола экстрагируют,встряхивая на аппарате.Объединенный экстракт сушат безводным сульфатом натрия и концентрируют на ротационном испарителе при температуре бани не выше 45°С и количественно наносят на хроматографическую пластинку.

Хроматографирование

Справа и слева от пробы наносят известные количества стандартных растворов анализируемого соединения.Хроматографирование проводят в системе гексан:бензол (2:3).После поднятия фронта растворителя на 14 см пластинку проветривают на воздухе до полного удаления растворителей. После этого пластинку кладут в камеру с парами аммиака на 15 мин.Затем снимают с камеры,сразу же ставят под УФ-лампу на 15 минут и опрыскивают 10%-ным водным раствором перекиси водорода.Для более четкого очертания пятен тотрила после опрыскивания пластинку снова ставят под УФ-лампу на 10 минут.Под действием аммиака и УФ-света тотрил образует продукты

распада, способные давать окрашенное пятно с 10%-ным раствором перекиси водорода. На белом фоне пластинки проявляются темно-сиреневые пятна тотрила с величиной R_f =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 тотрила в воздухе вычисляют по формуле:

$$X = \frac{A}{V_{20}}, \text{ где}$$

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

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

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

Требования техники безопасности

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 20.10.81 г).

gost.e-ecolog.ru