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

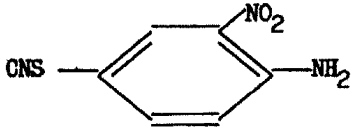
Сборник № 21
Часть 2-ая

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

УТВЕРЖДЕНО
МИНИСТЕРСТВОМ
ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР
" 29 " июля 1991г.
№ 6118-91

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ 4-РОДАН-2-НИТРОАНИЛИНА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ.

4-родан-2-нитроанилин



М.м. 195,4

4-родан-2-нитроанилин-желтое кристаллическое вещество с температурой плавления 134-135°С. Растворим в уксусной кислоте, диоксане, диметилформамиде. Агрегатное состояние в воздухе - аэрозоль.

ПДК в воздухе рабочей зоны 4-родан-2-нитроаналина еще не установлена.

2. Характеристика метода

Метод основан на хроматографическом выделении вещества в тонком слое силикагеля с обнаружением зоны локализации с помощью диазотирующего азосочетающего реактивов.

Отбор проб проводится с концентрированием на аэрозольный фильтр.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме 0,1 мкг.

Нижний предел измерения в воздухе 0,7 мг/м^3 (при отборе 150л возд).

Диапазон измеряемых концентраций от 0,7 мг/м^3 до 35 мг/м^3.

Граница суммарной погрешности определения не более $\pm$15%.

Измерению не мешают полупродукты производства, а также анилин, о-п-нитроанилины, 4-родананилин.

Разработчики: И.И.Пиленкова, А.Д.Фатьянова, ВНИТИГ, г.Уфа

Реактивы,растворы,материалы

4-родан-2-нитроанилин с содержанием основного вещества не менее 96%.

Спирт этиловый технический ректификованный по ГОСТ 18300-87.

Бензол по ГОСТ 5955-75,ч.

Гексан по ТУ 6-09-3375-78,ч.

Хлороформ для хроматографии по ТУ 6-09-4263-76.

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77,ч.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197-74,хч.

Калия гидроокись по ОСТ 6-01-301-74,осч.

1-Нафтол по ГОСТ 5838-79,чда.

Пластинки для тонкослойной хроматографии "Силуфол",производство ЧССР размером 150х150 мм.

Фильтры бумажные "синяя лента" по ТУ 6-09-1678-77 или аэрозольные аналитические типа АФА-ХА-18.

Стандартный раствор 4-родан-2-нитроанилина концентрации 0,1 мг/мл готовят растворением навески 0,0100 г в 100 мл хлороформа.Раствор устойчив в течение недели при хранении в холодном темном месте.

Подвижная фаза-смесь бензола и спирта этилового в объемном соотношении 10:1 готовят в камере за 30 мин до хроматографирования в таком количестве,чтобы пластинка погружалась не более,чем на 0,5 см.

Реактив № 1 (диазотирующий):в смесь 46 мл воды и 4 мл конц.соляной кислоты вносят 1 г азотистокислого натрия.Раствор готовят перед употреблением.

Реактив № 2 (азосочетающий):в раствор 2,8 г гидроокиси в 50 мл воды вносят 0,1 г 1-нафтола.Реактив устойчив в течение длительного времени.

Приборы,аппаратура,посуда

Аспирационное устройство.

Фильтродержатель ИРА-20 оп.

Микрошприц МШ-10М по ГОСТ 8043-74.

Камера хроматографическая стеклянная типа СП-4,0 по ГОСТ 25336-82Е.

Пульверизаторы стеклянные по ГОСТ 10391-74.

Колбы мерные по ГОСТ 1770-74Е, вместимостью 100 мл.

Колбы конические плоскодонные с притертыми пробками по ГОСТ 25336-82Е, вместимостью 100 мл.

Пробирки градуированные по ГОСТ 1770-74Е, вместимостью 10 мл.

Пипетки по ГОСТ 20292-74Е, различной вместимости.

Воронка конусообразная d35 по ГОСТ 25336-82Е.

Отбор проб

Воздух объемным расходом 10 л/мин аспирируют через бумажный фильтр

Для анализа отбирают 150 л воздуха.Срок хранения проб не более двух недель.

Проведение определения

Подготовка проб к анализу

Фильтр вынимают из фильтродержателя,помещают в коническую колбу, заливают небольшим количеством смеси хлороформа,и гексана в объемном соотношении 1:1,чтобы фильтр был погружен в растворитель,а затем встряхивают 10 мин.Экстракт декантируют в градуированную пробирку, предварительно отфильтровывая механические примеси через бумажный фильтр.Экстракцию повторяют еще раз.Объединенный экстракт выпаривают в токе воздуха до объема около 0,2 мл.

Приготовление стандартной шкалы

Для приготовления стандартной шкалы в градуированные пробирки микрошприцом вносят 1, 5, 10, 20, 30, 40, 50 мкл стандартного раствора 4-родан-2-нитроанилина и приливают по 0,1 мл хлороформа.Количество вещества в пробирках составит соответственно 0,1; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 мкг.

Условия хроматографирования

На хроматографической пластинке на расстоянии 15 мм от края намечают линию старта. Пробу наносят в центре стартовой линии. Справа и слева от пятна пробы наносят пятна стандартной шкалы. Расстояние между пятнами и от краев пластинки не менее 15 мм. Диаметр пятен не должен превышать 5-8 мм.

Пластинку помещают в хроматографическую камеру. После развития хроматограммы на высоту 10 см пластинку вынимают из камеры, подсушивают на воздухе и обрабатывают сначала реактивом № 1, а затем после подсушивания реактивом № 2. 4-родан-2-нитроанилин проявляется в виде желто-оранжевого пятна на светлом фоне с R_I $0,45^{\pm}0,05$. Окраска пятен устойчива в течение длительного времени.

Обработка результатов анализа

Количественное измерение содержания 4-родан-2-нитроанилина проводят либо путем измерения с помощью планиметра площади пятен пробы и стандартного, имеющего одинаковую интенсивность окраски с пятнами пробы, либо с помощью денситометра.

При использовании планиметра количество вещества "М" (в мкг) в анализируемом объеме пробы находят по формуле:

$$M = \frac{m \cdot S_x}{S_{ct}}$$, где

m - содержание вещества в стандартном пятне, мкг;

S_x - площадь пятна пробы, $мм^2$;

S_{ct} - площадь пятна стнадарта, $мм^2$.

При использовании денситометра содержание вещества в анализируемом объеме находят по отношению интегральных значений содержания вещества в пятнах пробы и стандарта.

Концентрацию вещества "С" в воздухе в мг/м^3 вычисляют по формуле:

$$C = \frac{M \cdot B}{A \cdot V}$$, где

M- количество вещества в анализируемом объеме раствора пробы,мкг;

A- объем раствора пробы,взятый для анализа,мл;

B- общий объем раствора пробы,мл;

V- объем воздуха,отобранный и приведенный к стандартным условиям,л.

Техника безопасности

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

gost.e-ecolog.ru