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

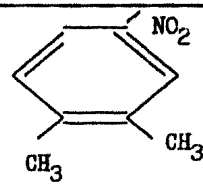
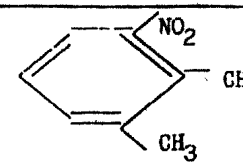
Сборник № 21
Часть 2-ая

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

Утверждено Министерством
здравоохранения СССР
" 29 " июля 1991 г.
№ 6116-91

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ 4-НИТРО-О-КСИЛОЛА И 3-НИТРО-О-КСИЛОЛА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

1. Краткая характеристика веществ

Наименование характеристики	Величина	
	4-нитро-оксилола	3-нитро-оксилол
1	2	3
1. Структурная формула		
2. Эмпирическая формула	$C_8H_9O_2N$	$C_8H_9O_2N$
3. Мол.масса	151,17	151,17
4. Агрегатное состояние	кристаллы (при 20°С)	жидкость желтого цвета
5. Температура плавления °С	30	15
6. Температура кипения, °С	258	240-250
7. Растворимость	Растворим в большинстве орг.р-лей, в воде не растворим	Растворим в большинстве орг.р-лей, в воде не раст-им
8. Агрегатное состояние в воздухе рабочей зоны	пары	пары
9. ПДК в воздухе рабочей зоны, мг/м	5	5

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

2.Методика определения 4-нитро-о-ксилола и 3-нитро-оксилола в воздухе рабочей зоны

2.1.Основные положения

2.1.1.Принцип метода.

Метод основан на тонкослойной хроматографии на пластинках "Силуфол" с обнаружением зоны локализации нитроксилолов после их восстановления до ксилидинов с помощью диазотирующего и азосочетающего реагентов.

Отбор проводится с концентрированием в неподвижный слой твердого сорбента (полисорб-1)

2.1.2. Метрологическая характеристика.

Нижний предел измерения в анализируемом обьеме 1 мкг каждого нитроксилола.

Нижний предел измерения в воздухе 1 мг/м^3 (при отборе 150 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций 1-10 мг/м^3.

Граница суммарной погрешности не превышает $\pm$ 15%

2.1.3. Избирательность метода.

Определению не мешают нитробензол,анилин,ксилидины.

2.2. Реактивы,растворы, материалы.

4-нитро-о-ксилол, ч, ТУ 6-09-15-172-75.

3-нитро-оксилол, с содержанием основного вещества не менее 96%.

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

Гексан, ч, ТУ 6-09-3375-78.

1-Нафтол, чда, ГОСТ 5838-79.

Калия гидроокись, ч, 9285-78.

Кислота соляная, хч, ГОСТ 3118-77.

Натрий азотистокислый, хч, ГОСТ 4197-74.

Олово двухлористое, ГОСТ 4197-74.

Пластинки "Силуфол" производства ЧССР размером 150х150 или 200х200 мм.

Полисорб-1,ТУ 6-09-3602-74, фр.0,25-0,50 мм.

Стандартные растворы № 1 и № 2 соответственно 4-нитро-о-ксилола и 3-нитро-оксилола готовят в мерной колбе вместимостью 100 мл растворением навески 0,1000 г в хлороформе. Растворы устойчивы в течение недели.

Подвижная фаза - гексан, готовят в хроматографической камере за 30 мин до хроматографирования в таком количестве, чтобы пластинка погружалась не более, чем на 0,5 см.

Реактив №1 (восстанавливающий): 1%-ный раствор двухлористого олова в 10%-ном водном растворе соляной кислоты. Устойчив в течение 2-х недель.

Реактив №2 (диазотирующий): в смесь 46 мл воды и 4 мл конц. соляной кислоты вносят 1 г азотистокислого натрия. Раствор готовят перед употреблением.

Реактив №3 (азосочетающий): в раствор 2,8 г гидроокиси калия в 50 мл воды вносят 0,1г 1-нафтола.

Реактив устойчив в течение длительного времени.

2.3. Приборы, посуда.

Аспирационное устройство.

Колонка стеклянная длиной 20 см,внутренним диаметром 8 мм.

Пробирки градуированные,ГОСТ 1770-74,вместимостью 20 мл.

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

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

Пульверизаторы,ГОСТ 25336-82.

Микрошприц МШ-10М,ТУ 2-833-106.

2.4.Условия отбора проб воздуха

Воздух объемным расходом 10 л/мин аспирируют через стеклянную колонку,заполненную полисорбом-1(высота слоя 10 см).

Полисорб предварительно промывают 100 мл хлороформа и сушат в сушиль-

ном шкафу при 80°С.Колонка может использоваться многократно без замены сорбента.Пробы можно хранить в течение недели.

2.5.Проведение определения

2.5.1.Подготовка проб к анализу.

Через колонку с пробой со скоростью 80-100 кап/мин пропускают хлороформ.Собирают первые 15 мл элюата.

2.5.2.Условия хроматографирования

На хроматографической пластинке на расстоянии 15 мм от края намечают линию старта.В центре ее наносят 0,1 мл пробы,справа и слева наносят стандартную шкалу.Для ее приготовления в градуированные пробирки микрошприцем вносят по 1,3,5,8,10 мкл стандартных растворов № 1 и № 2 и приливают по 0,1 мл хлороформа.Содержимое пробирок наносят в виде пятен на расстоянии 150 мм друг от друга.Содержание веществ в пятнах шкалы соответствует 1,3,5,8,10 мкг каждого нитроксилола и составляет линейный диапазон детоктирования.Диаметр пятен не должен превышать 5-8 мм.

После нанесения пятен пробы и стандартной шкалы пластинку помещают в хроматографическую камеру.При высоте пластинки 20 см хроматограмму развивают на 18-19 см,если высота пластинки 15 см,то после развития хроматограммы на 12-13 см пластинку вынимают,сушат и повторяют хроматографирование на ту же высоту.Затем пластинку обрабатывают восстанавливающим реактивом,сушат до исчезновения запаха соляной кислоты и нагревают 5 мин при 120°С в сушильном шкафу.Зону локализации определяют с помощью последовательной обработки диазотирующим и азосочетающим реактивами.

4-нитро-о-ксилол проявляется красным пятном с R_f 0,21±0,05,

3-нитро-о-ксилол -оранжевым пятном с R_f 0,17±0,05 (при высоте пластинки 20 см).Окраска пятен устойчива.

2.5.3.Обработка результатов анализа

Количественное измерение содержания нитроксилолов проводят либо путем измерения с помощью планиметра площади пятен пробы и стандартного,имеющего одинаковую интенсивность окраски с пятном пробы,либо с помощью денситометра.

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

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

M - содержание вещества в стандартном пятне,мкг;

S_x,S_{ct}- площади пятенн пробы и стандарта,мм^2.

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

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

$$C = \frac{M \cdot V}{A \cdot V_{20}}, \text{ где}$$

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

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

V - общий объем раствора пробы,мл;

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

3.Требования 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