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

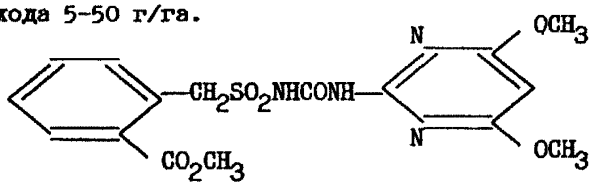
Сборник № 21
Часть 2-ая

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

Утверждено Министерством
здравоохранения СССР
" 29 " июля 1991 г
№ 6104-91

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

Лондакс-метиловый эфир 2(4,6-диметоксипиримидил-2)уреидосульфонилметил)бензойной кислоты-применяется как гербицид для риса с нормами расхода 5-50 г/га.



$C_{16}H_{18}N_4O_7$

М.м.410,4

Лондакс представляет собой бледно-желтое кристаллическое вещество,не имеющее запаха,с температурой плавления 185-188°С;растворимое в хлороформе,хлористом метилене,ацетоне,ацетонитриле,бензоле,гексане.

1.Характеристика метода

Метод основан на определении лондакса хроматографическими методами (ГЖХ,ТСХ) после концентрирования из воздуха.

Отбор проб с концентрированием (бумажный фильтр "синяя лента").

Предел измерения в анализируемом объеме пробы 5 мкг (ТСХ),0,5мкг (ГЖХ).

Предел измерения в воздухе 0,02 мг/м^3(при отборе 100 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций 0,02-5 мкг/м^3.

Определению не мешают наполнители технического препарата.

Граница суммарной погрешности $\pm$19,5%.

2.Реактивы,растворы,материалы

Лондакс.

Хлороформ,ГОСТ 20015-74.

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

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

Основной стандартный раствор лондакса,содержащий 100 мкг/мл готовят растворением 10 мг препарата в мерной колбе на 100 мл в хлороформе. Раствор хранят в холодильнике не более месяца.

Рабочие растворы лондакса 1-10 мкг/мл готовят из основного раствора разведением.Хранят растворы в холодильнике не более 5 дней.

К методу ТСХ

Ацетон,осч 9-5,ТУ 6-09-3513-86.

Бензол,хч.,ГОСТ 5955-75.

О-толидин,ТУ 6-09-66-75.

Уксусная кислота,хч.,ГОСТ 18290-72.

Калий иодистый,хч.,ГОСТ 4232-74.

Перманганат калия,хч.,ГОСТ 4220-75.

Соляная кислота,концентрированная,чда.,ГОСТ 3118-77.

Хлорирующая смесь:3 г перманганата калия растворяют в 50 мл воды, переносят в эксикатор,затем добавляют 3-5 мл концентрированной соляной кислоты.Готовят перед обработкой пластинки.

Пластинки хроматографические "Силуфол".

Подвижная фаза бензол-ацетон-аммиак (6:1:0,2).

Проявляющий реагент:А.0,2 г о-толидина растворяют в 2 мл уксусной кислоты;Б.0,8 г иодида калия растворяют в 2 мл дистиллированной воды, смешивают растворы А и Б и доводят водой до 200 мл.

К методу ГЖХ

Трифторуксусный ангидрид,ТУ 6-09-4135-75.

Пиридин,ч.,ГОСТ 13647-78.

3.Приборы и посуда

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

Посуда мерная,ГОСТ 1770-74.

Цилиндры мерные,ГОСТ 1770-74.

Воронки химические,ГОСТ 25336-82.

Колбы конические,ГОСТ 25336-82, на 50,100 мл.

Колбы грушевидные,ГОСТ 25336-82.

Фильтродержатели.

Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М,ТУ 25-11-917-76.

К методу ГЖХ

Хроматограф с детектором постоянной скорости рекомбинации (тип "Цвет", Газохром или др.)

Микрошприцы на 10 мкл.

Колонки стеклянные хроматографические,длина 1 м,d=3 мм.

К методу ТСХ

Камера хроматографическая,ГОСТ 25336-82.

Пульверизатор стеклянный,ГОСТ 25336-82.

Эксикатор (для хлорирования).

4.Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 5 л/мин аспирируют через помещенный в фильтродержатель бумажный фильтр "синяя лента" в течение 20 мин.

Рекомендуется отобрать 3 параллельные пробы.Пробы хранят в холодильнике не более 2-х суток.

5.Условия анализа

Бумажный фильтр из фильтродержателя переносят в коническую колбу и заливают 20 мл хлороформа.Встряхивают 20 мин.Экстракцию повторяют дважды.Объединяют хлороформный экстракт и сливают в колбу для отгонки растворителя.Отгоняют растворитель до объема 0,1-0,2 мл при температуре водяной бани не выше 40°С.Далее проводят определение методами ГЖХ и ТСХ.

Определение методом ГЖХ

Удаляют остаток растворителя на воздухе.К сухому остатку пробы приливают 50 мкл трифторуксусного ангидрида и 10 мкл пиридина.Выдерживают приготовленный раствор в течение 30 мин,после чего добавляют 1 мл

бензола и 5 мл дистиллированной воды, интенсивно встряхивают в течение 2 мин. После разделения фаз 5 мкл бензольного слоя вводят в хроматограф.

Условия хроматографирования

Хроматограф с ДПР

Колонка стеклянная, длина 1 м, d=3 мм

Носитель -хроматон N-AW(0,16-0,20 мм)

Неподвижная фаза-5% ХЕ-60

Температура испарителя -220°С, детектора-220°С, колонки-160°С

Скорость газа-носителя-55 мл/мин (через колонки), 150 мл/мин (на продувку)

Вводимый объем-5 мкл

Время удерживания фторпроизводного лондакса-6 мин

Минимально детектируемое количество -1 нг

Расчет концентрации препарата (мг/м^3) в воздухе проводят по формуле:

$$X=\frac{A \cdot V \cdot H_{пр}}{H_{ст} \cdot V_1 \cdot V_{20}}$$, где

путем сравнения рассчитываемого пика с пиком, полученным при введении известного количества стандартного вещества при условии, что пики близки по величине и определение ведется в диапазоне линейности детектора.

A - количество стандартного препарата, введенного в хроматограф, мкг;

$H_{ст}$ - высота пика стандартного раствора, мм;

$H_{пр}$ - высота пика препарата в исследуемой пробе, мм;

V_1 - объем экстракта, введенный в хроматограф, мл;

V - общий объем анализируемого экстракта, мл;

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

Определение методом ТСХ

Сконцентрированную пробу количественно наносят при помощи капилляр-

ной пипетки на хроматографическую пластинку так,чтобы диаметр пятна не превышал 1 см.Центр пятна должен быть на расстоянии 2 см от нижнего края пластинки.Справа и слева от пробы наносят стандартные растворы пестицида,содержащие 3,5,10 мкг препарата.Пластинку с нанесенными растворами помещают в хроматографическую камеру,в которую за 30 мин до хроматографирования залита смесь бензол-ацетон-аммиак 6:1:0,2. После поднятия фронта подвижного растворителя на 10 см,пластинку вынимают и оставляют на несколько минут на воздухе для испарения подвижного растворителя.Пластинки помещают в эксикатор,содержащий раствор для хлорирования на 1 мин,после чего сушат при комнатной температуре до полного удаления избытка хлора.Посчле этого опрыскивают раствором о-толидина.Препарат проявляется в виде пятна темно-синего цвета на светлом фоне.Величина R_f $0,32\pm0,05$.

Количество препарата в пробе определяют сравнением интенсивности окраски и площади пятен пробы и стандартного раствора.

Для расчета по формуле выбирают пятно на хроматограмме стандарта, наиболее близкое по размерам пятну на хроматограмме пробы.

Концентрацию лондакса в воздухе (X) в мг/м^3 вычисляют по формуле:

$$X=\frac{G \cdot V}{V_1 \cdot V_{20}},\text{ где}$$

G -количество лондакса,найденное в пробе на пластинке,мкг;

V -общий объем пробы,мл;

V_1-хроматографируемый объем пробы,мл;

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

Требования безопасности

Выполняются в соответствии с "Правилами устройства,техники безопасности производственной санитарии,.противоэпидемического режима в лабораториях (отделениях,отделах) санэпидучреждений системы МЗ СССР № 2255-81 от 20.10.81 г".

gost.e-ecolog.ru