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

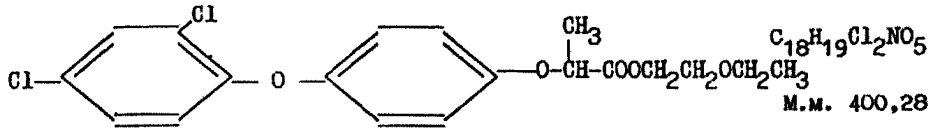
МОСКВА
ЦЕНТР НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ИНФОРМАЦИИ,
ПРОПАГАНДЫ И РЕКЛАМЫ
1994 г.

Утверждено Министерством
здравоохранения СССР
" 29 "июля 1991 г
№ 6085-91

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

1.Краткая характеристика препарата

Действующее вещество -этоксиэтиловый эфир 2-/4-(3,5-дихлорпиридил-2-окси)фенокси/пропановой кислоты



Химически чистое соединение - кристаллическое вещество коричневого цвета с характерным запахом.Тплав.-68-69°С.Препарат нерастворим в воде,ограничено растворим в этиловом спирте,хорошо растворим в ацетоне, ксилоле,хлороформе.Выпускается в виде 20% к.э.

ДОК,ПДК,МДУ кентавра в настоящее время не установлены.

2.Методика определения кентавра в воздухе рабочей зоны.

2.1.Основные положения

2.1.1.Принцип метода

Определение основано на анализе кентавра методом тонкослойной хроматографии,заключающемся в хроматографировании пробы в тонком слое пластин "Силуфол" и обнаружении соединения по реакции с азотнокислым серебром или бромфеноловым реагентом.

Отбор проб воздуха производится с концентрированием.

2.1.2.Метрологическая характеристика метода

Диапазон определяемых концентраций 0,02-0,15 мг/м^3

Разработчики: Н.И.Рева,А.М.Шмигидина, ВНИИГИНТОКС , г.Киев.

Предел обнаружения-0,5 мкг

Размах варьирования 70-80%

Среднее значение определения стандартных количеств кентавра-80,0%

Относительное стандартное отклонение среднего -7,1%

2.2.Реактивы и материалы

Кентавр (ВНИИХСЗР),90%.

Хлороформ,хч.,ГОСТ 20015-74.

Ацетон,чда.,ГОСТ 2603-79.

Гексан,хч.,ТУ 6-09-3375-78.

Этилацетат,хч.,ГОСТ 22300-76.

Кислота уксусная,хч.,ГОСТ 18290-72,5%-ный водный раствор.

Кислота лимонная,хч.,ГОСТ 3652-74,2%-ный водный раствор.

Аммиак водный,чда.,ГОСТ 3760-79.

Серебро азотнокислое,чда.,ГОСТ 1277-81.

Бромфеноловый синий,чда.,ТУ 6-09-3719-83.

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

Вода дистиллированная,ГОСТ 7602-76.

Пластинки "Силуфол" (ЧССР).

Фильтры бумажные беззольные "синяя лента",ТУ 6-09-1678-77, диаметр 5,5-6,0 см.

Вата гигроскопическая.

2.3.Приборы,посуда

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

Весы аналитические ВЛА-200М.

Фильтродержатели.

Испаритель ротационный ИР-1М,ТУ 25-11-917-76.

Холодильник бытовой.

Шкаф электрический сушильный,ТУ 64-1-1411-72.

Баня водяная,ТУ 64-1-2850-76.

Вакуумный водоструйный насос,ГОСТ 10396-75.

Колбы грушевидные,ГОСТ 25336-82,вместимостью 50-100 мл.

Холодильник,ГОСТ 25336-82.

Колбы мерные,цилиндры,мензурки,пробирки,ГОСТ 1770-74.

Колбы конические плоскодонные,ГОСТ 25336-82.

Воронки лабораторные,диаметр 56 мм,ГОСТ 25336-82.

Пипетки,ГОСТ 20292-74,на 1,5,10 мл.

Воронки делительные,ГОСТ 25336-82,на 250 мл.

Микропипетки на 0,1;0,2 мл;ГОСТ 20292-74.

Пульверизатор стеклянный,ГОСТ 25336-82.

Скальпель.

Камера для хроматографирования,ГОСТ 25336-82.

Камера для опрыскивания пластинок,ТУ 25-11-430-70.

Фильтродержатели.

Поглотители,ТУ 25-11-1081-75.

Колба с тубусом,ГОСТ 25336-82.

Воронка Бюхнера,ГОСТ 9147-80

Секундомер,ГОСТ 5072-79.

2.4.Отбор проб

Воздух со скоростью 5 л/мин аспирируют через фильтр "синяя лента", закрепленный в фильтродержателе.Продолжительность отоора пробы-30 мин. Длительность хранения проб в стеклянной таре в защищенном от света месте не более 5-ти суток.

2.5.Подготовка к определению

2.5.1.Приготовление стандартного раствора кентавра

10,2 мг (98%-ный препарат) кентавра помещают в мерную колбу на 100 мл доводят ацетоном до метки.Получают раствор с концентрацией 100 мкг/мл. Годен к употреблению в течение 30 дней.

Рабочие растворы кентавра с концентрацией 2,5; 5,0;10,0 мкг/мл гото-

вят в градуированных пробирках с пришлифованной пробкой вместимостью 10 мл соответствующим разбавлением ацетоном стандартного раствора. Хранят рабочие растворы в холодильнике.Годны к употреблению 3-5 дней.

2.5.2.Приготовление растворов проявляющих реагентов,пластинок

1.Раствор азотнокислого серебра в аммиаке и ацетоне.

0,5 г азотнокислого серебра растворяют в 5 мл дистиллированной воды, добавляют 12-15 мл аммиака (плотность 0,9 г/см^3) и доводят объем жидкости до 100 мл ацетоном.Раствор хранят на холоде в затемненном месте.Срок хранения 7-10 дней.

2.Бромфеноловый реагент

Готовят два раствора.1.0,5%-ный водно-ацетоновый (1:3) раствор азотнокислого серебра.2.10 мл 0,05%-ного раствора бромфенолового синего в ацетоне. Раствор 2 разбавляют раствором 1 до объема 100 мл.Годен к употреблению в течение 5-7 дней.После обработки пластинки бромфеноловым реагентом осветляют фон обработкой слоя сорбента свежеприготовленным 2%-ным водным раствором лимонной кислоты или 5%-ным водным раствором уксусной кислоты.

3.Подготовка пластин "Силуфол"

Пластинку "Силуфол" помещают в хроматографическую камеру,содержащую смесь растворителей ацетон-25%-ный аммиак в соотношении 7:3 (об/об). Глубина погружения пластинки в растворитель составляет 0,5 см.После подъема фронта растворителя до верхнего конца пластинки ее вынимают из камеры и выдерживают на воздухе до испарения растворителей.После этого пластинка готова к употреблению.Хранят подготовленные пластинки в эксикаторе над слоем осушителя.

2.6.Проведение определения

2.6.1.Подготовка пробы к анализу

Бумажный фильтр,содержащий кентавр,из фильтродержателя переносят в химический стакан или коническую колбу и заливают 10-15 мл хлороформа.

Экстрагируют пестицид из фильтра в течение 10-15 мин,периодически перемешивая содержимое емкости.Полученный экстракт фильтруют через очищенный безводный сульфат натрия в грушевидную колбу для отгонки растворителя.Экстракцию фильтра повторяют дважды свежими порциями хлороформа,экстракты объединяют в грушевидной колбе.Растворитель испаряют при температуре 60-63°С до объема 1,0-1,5 мл.Остаток растворителя испаряют в токе сжатого воздуха при комнатной температуре.

2.6.2.Хроматографирование

Сухой остаток в колбе растворяют в 1 мл ацетона,закрывают колбу герметично пробкой,перемешивают содержимое,оставляют стоять на 5-7 мин и 0,2 мл полученного раствора наносят микропипеткой на очищенную пластинку "Силуфол".Рядом с пробой наносят по 0,2 мл каждого рабочего раствора кентавра,что соответствует содержанию в пятне 0,5; 1,0; 2,0 мкг препарата.Пластинку помещают в хроматографическую камеру,куда за 10-15 мин до хроматографирования наливают смесь растворителей гексан-ацетон (4:1)(смесь 1) либо гексан-этилацетат (4:1)(смесь 2)в таком количестве,чтобы глубина погружения пластинки в растворитель составляла 0,5 см.После подъема фронта растворителя от линии старта на высоту 10 см хроматографирование прекращают.Пластинку выдерживают в вытяжном шкафу до испарения растворителей и обрабатывают одним из проявляющих реагентов.При обработке аммиакатом серебра пластинку орошают до влажного состояния,выдерживают в вытяжном шкафу 15-20 мин(до исчезновения запаха аммиака) и подвергают УФ-облучению в течение 10-15 мин (нефильтрованные УФ-лучи,лампа ПРК-4).Пластинку помещают на расстоянии 20 см от источника света.При наличии кентавра на хроматограмме проявляются пятна серо-черного цвета.После обработки пластинки бромфеноловым реагентом пластинку опрыскивают раствором лимонной(или уксусной) кислоты.О наличии кентавра в пробе свидетельствует появление в этом случае серо-синего пятна на желтом фоне.Величины R_f кентавра в указан-

ных подвижных растворителях следующие:

гексан-ацетон (4:1) - величина R_f 0,44

гексан-этилацетат (4:1) величина R_f 0,40

Примечание. При содержании кентавра в пробе больше 0,02 мг после испарения хлороформа сухой остаток в колбе растворяют в 2 мл ацетона и анализируют как указано выше.

Количественная оценка проводится путем сравнения площадей и интенсивности окраски пятен пробы и рабочих растворов.

2.6.3. Обработка результатов анализа

Содержание кентавра в анализируемой пробе рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{J \cdot V}{V_{ст} \cdot V_1}$$, где

X - концентрация кентавра в воздухе, мг/м^3,

J - количество кентавра в пятне пробы, найденное путем сравнения со стандартами, мкг,

V - окончательный обьем экстракта пробы, мл,

V_1 - обьем экстракта пробы, нанесенный на пластинку, мл,

$V_{ст}$ - обьем пробы воздуха (л), отобранный для анализа и приведенный к нормальным условиям в соответсвии с ГОСТ 12.1.006-76

$V_{ст}$ рассчитывают по формуле:

$$V_{ст} = \frac{V_t \cdot 293 \cdot P}{(273 + t) \cdot 760}$$, где

V_t - отобранный обьем воздуха при температуре t в месте отбора пробы, л,

P - атмосферное давление, мм рт.ст.

t - температура воздуха в месте отбора пробы воздуха, ^oC.

3. Требования безопасности

Следует соблюдать все необходимые требования безопасности, рекомендуемые при работе в химических лабораториях.

gost.e-ecolog.ru