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

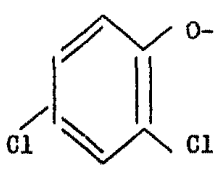
МОСКВА
ЦЕНТР НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ИНФОРМАЦИИ,
ПРОПАГАНДЫ И РЕКЛАМЫ
1994 г.

Утверждено Министерством
здравоохранения СССР
" 29 " июля 1991 г
№ 6119-91

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ C_7-C_9 - эфиров 2,4ДМ;2,4Д и 2,4,5-ТП-КИСЛОТ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

1.Краткая характеристика веществ

C_7 - C_9- эфиры 2,4- ДМ;

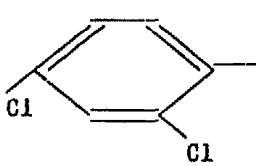


$O-(CH_2)_3-COO(C_7H_{15} \div C_9H_{19})$ М.м.371,3 (по октиловому эфиру)

Химическое название :C_7-C_9 -эфиры 2,4-дихлорфенокси-масляной кислоты.

Физические свойства-темная маслянистая жидкость.Растворимы в органических растворителях.Практически нерастворимы в воде.

C_7-C_9 - эфиры 2,4Д(октапон):



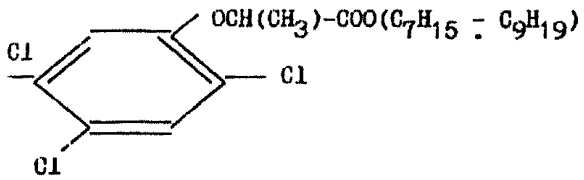
$OCH_2COO(C_7H_{15} \div C_9H_{19})$ М.м.333,25 (по октиловому эфиру)

Химическое название: C_7-C_9-эфиры 2,4-дихлорфеноксиуксусной кислоты

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

Физические свойства-темно-коричневая маслянистая жидкость со специфическим запахом.Растворимы в органических растворителях.Практически нерастворимы в воде.

C_7-C_9 -эфиры 2,4,5-ТП:



М.м.387,1
(по октиловому эфиру)

Химическое название: C_7-C_9 -эфиры 2,4,5-трихлорфеноксипропионовой кислоты.

Физические свойства: темно-коричневая маслянистая жидкость.

Растворимы в органических растворителях, нерастворимы в воде.

В воздухе эфиры находятся в виде тумана и паров.

ПДК C_7-C_9 эфиров 2,4Д(по октапону) в воздухе рабочей зоны 1 мг/м^3.

2.Методика определения C_7-C_9 -эфиров 2,4ДМ, 2,4Д и 2,4,5-ТП в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии

2.1.Основные положения

2.1.1.Принцип метода

Метод основан на хроматографическом определении исследуемых веществ в тонком слое силикагеля в подвижной фазе (бензол) с обнаружением зон локализации с помощью раствора дифениламина и УФ-облучением до и после обработки реагентом.

Отбор проб проводится с концентрированием на пенополиуретановую крошку.

2.1.2.Метрологическая характеристика

Нижний предел измерения 3 мкг в анализируемом объеме раствора пробы (для всех трех эфиров).

Нижний предел измерения в воздухе 0,4 мг/м^3 (при отборе 150 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций от 0,4 до 4,0 мг/м^3.

Граница суммарной погрешности измерения не превышает $\pm$25%.

2.1.3.Избирательность метода

Определению не мешают галоид феноксиалканкарбоновые кислоты,их эфиры, спирты,фенолы,гербициды других классов.

2.2.Реактивы,растворы,материалы

C_7-C_9- эфиры 2,4ДМ с содержанием не менее 90%.

C_7-C_9- эфиры 2,4Д с содержанием не менее 90%.

C_7-C_9- эфиры 2,4,5-ТП с содержанием не менее 90%.

Ацетон,ГОСТ 2603-79,чда.

Бензол,ГОСТ 5955-75,чда.

Спирт этиловый технический,ГОСТ 18300-87.

Дифениламин,ГОСТ 5825-70.

Проявляющий реагент: 0,5%-ный спиртовый раствор дифениламина.

Реагент устойчив длительное время.

Пенополиуретан,ОСТ 6-05-407-75,нарезанный кубиками размером 5 х 5 х 5 мм,промытый бензолом,ацетоном и высушенный на воздухе.

Основной стандартный раствор C_7-C_9-эфиров 2,4ДМ;2,4Д;2,4,5-ТП-кислот концентрации 1 мг/мл по каждому компоненту готовят в мерной колбе вместимостью 100 мл растворением навески 0,1000 г в ацетоне.Раствор устойчив в течение длительного времени при хранении в холодильнике.

Стандартные растворы C_7-C_9-эфиров 2,4ДМ;2,4Д;2,4,5-ТП-кислот №1-№6 концентрации 0,03; 0,05; 0,10; 0,15; 0,20; 0,30 мг/мл готовят в мерных колбах вместимостью 50 мл путем соответствующего разбавления основного стандартного раствора ацетоном.Растворы устойчивы в течение длительного времени при хранении в холодильнике.

Пластинки "Силуфол" производства ЧССР или другие с тонким слоем силикагеля.

2.3. Приборы и посуда.

Аспирационное устройство,ТУ 64-1-1081-73,или аналогичное11.

Стеклянная гофрированная трубка диаметром 3 и длиной 10 см.

Хроматографическая камера,ГОСТ 25336-82.

Пульверизатор стеклянный,ГОСТ 25336-82.

Микрошприц МШ-10,ГОСТ 8043-74.

Микропипетка,ГОСТ 20292-74.

Колбы мерные,ГОСТ 1770-74,вместимостью 50 и 100 мл.

Пипетки,ГОСТ 20292-74,различной вместимости.

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

Источник УФ-света.

2.4.Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 8-10 л/мин аспирируют через стеклянную гофрированную трубку,заполненную пенополиуретановой крошкой (~0,5 г). Для анализа отбирают 150 л воздуха.Пробы можно хранить в течение трех суток.

2.5.Проведение определения

2.5.1.Подготовка проб к анализу

Трубку с пенополиуретановой крошкой промывают током ацетона.В градуированную пробирку собирают 10-12 мл экстракта и выпаривают в токе воздуха до объема 2 мл.

2.5.2.Условия хроматографирования

На хроматографической пластинке на расстоянии 15 мм от края намечают линию старта.На середину линии старта наносят 0,1 мл раствора пробы. Справа и слева от пятна пробы наносят по 0,1 мл стандартных растворов эфиров №1-№6,что соответствует содержанию каждого эфира в пятне 3,5; 10,0;15,0;20,0;30,0 мкг.Диаметр пятен не должен превышать 10 мм.Пластинку помещают в хроматографическую камеру,в которую за 30 мин до хро-

матографирования налита на высоту не более 0,5 см подвижная фаза (бензол).

После развития хроматограммы на высоту 10 см пластинку вынимают из камеры, подсушивают на воздухе в вытяжном шкафу, облучают УФ-светом в течение 5 мин, обрабатывают из пульверизатора проявляющим реагентом и снова облучают до появления пятен.

C_7-C_9-эфиры 2,4ДМ; 2,4Д; 2,4,5-ТП-кислот проявляются в виде синих пятен на светлом фоне с R_f 0,55; 0,67; 0,80 соответственно. Окраска пятен устойчива.

2.5.3. Обработка результатов анализа

Количественное измерение содержания C_7-C_9 -эфиров 2,4-ДМ-, 2,4-Д, 2,4,5-ТП-кислот проводят либо с помощью денситометра по отношению интегральных значений содержания вещества в пятнах пробы и стандарта, либо путем измерения с помощью планиметра или прозрачной миллиметровой бумаги площадей одинаковых по интенсивности окраски пятен пробы и стандарта.

Концентрацию C_7-C_9-эфиров 2,4ДМ; 2,4Д; 2,4,5-ТП-кислот в воздухе (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G \cdot Snp \cdot V_2}{Sct \cdot V_1 \cdot V_{20}},$$

где:

G - содержание эфиров в пятне стандарта, мкг;

Snp, Sct - площади пятен пробы и стандарта соответственно, $мм^2$;

V_1 - анализируемый объем раствора пробы, мл;

V_2 - Общий объем раствора пробы, мл;

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

3.Техника безопасности

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

gost.e-ecolog.ru