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

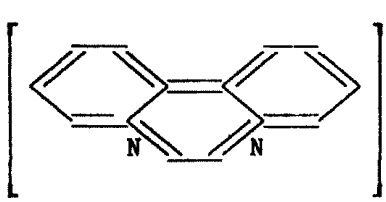
Сборник № 21
Часть 2-ая

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

Утверждено Министерством
здравоохранения СССР
" 29 " июля 1991 г
№ 6154-91

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ДИКВАТА И ЭДИЛА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

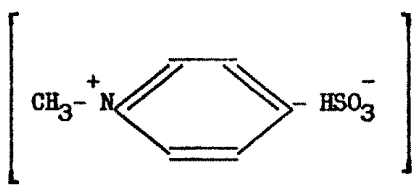
Краткая характеристика препаратов



$C_{12}H_{12}Br_2N_2$

М.м.344,0

Гербицид дикват (реглон)-бромид 1,1[1]-этилен 2,2[1]дипиридилий.Кристаллическое вещество,разлагается при температуре выше 300°С.Растворимость при 20°С 700 г/л воды.Незначительно растворим в спиртах,практически нерастворим в неполярных органических растворителях.Дикват не летуч, устойчив в кислых и нейтральных растворах,неустойчив в щелочной среде.



n=2-12

М.м.174,0

Гребицид эдил представляет собой 45-50% водный раствор солей 1,1[1]-диметил-4,4[1]-дипиридилия.Препарат нелетуч.Устойчив в кислых и нейтральных растворах.

Препараты рекомендованы для применения с целью уничтожения сорняков на почвах,подверженных ветровой и водной эрозии,для десикации подсолнечника,семенников картофеля,редиса,люцерны,сои,клещевины,столовой и кормовой свеклы.

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

В воздухе препараты находятся в виде аэрозоля.

Предельно допустимая концентрация диквата в воздухе рабочей зоны - 0,1 мг/м^3,ПДК эдила в воздухе рабочей зоны не установлена.

1.Характеристика метода

Определение основано на хроматографировании диквата и эдила в тонком слое катионообменных пластин с последующим применением для обнаружения зон локализации препарата проявляющего реагента.

Подвижным растворителем служит смесь насыщенного водного раствора хлористого аммония и этилового спирта в соотношении 25:1.

Отбор проб воздуха проводится с концентрированием (бумажные обеззоленные фильтры "синяя лента").

Предел обнаружения в анализируемом объеме раствора пробы-0,5 мкг.

Предел определения в воздухе (при отборе 100 л воздуха)-0,05 мг/м^3.

Диапазон определяемых содержаний-0,05 мг/м^3-0,25 мг/м^3.

Граница суммарной погрешности измерения $\pm$19,7%.

Определению не мешают хлорорганические,фосфорорганические пестициды.

2.Реактивы,растворы,материалы

Дикват,хч.

Эдил,50% раствор.

Натрий хлористый,чда,ГОСТ 4233-77.

Гидроокись натрия,хч.,ГОСТ 4328-77,1 н и 2 н водные растворы.

Аммоний хлористый,хч.,ГОСТ 3773-72,2,5% водный и насыщенный растворы.

Хлористоводородная кислота,хч.,ГОСТ 3118-77,2 н водный раствор.

Гидросульфид натрия,хч.,ГОСТ 246-76.

Калий железистосинеродистый,хч.,ГОСТ 4207-75,10% водный раствор.

Фенолфталеин,ГОСТ 5850-72,0,1% раствор в 50% водном растворе этилового спирта.

Этиловый спирт,ректификат,96%-ный,ТУ 6-09-1710-77.

Висмут азотнокислый основной,чда.,ГОСТ 4110-75.

Винная кислота,чда.,ГОСТ 5817-77.

Калий иодистый,ч.,ГОСТ 4233-74.

Крахмал растворимый,ч.,ГОСТ 10163-76.

Универсальная индикаторная бумага,ТУ 6-09-1181-71.

Вата стеклянная.

Дистиллированная вода.

Катионит КУ-2-8,ГОСТ 20298-78,натриевая форма.

Катионообменные пластины "Фиксион 50 х 8"(Reanal).

Фильтры бумажные обеззоленные "синяя лента",диаметр 5-15 см, ТУ 6-09-1678-77.

Проявляющие реагенты

1.Восстанавливающий реактив

Растворяют 1 г гидросульфита натрия в 100 мл 1 н раствора едкого натра.Используют свежеприготовленный раствор в течение 1 часа после приготовления.

2.Реагент Драгендорфа

Раствор А - 1,7 г основного азотнокислого висмута растворяют в 80мл воды и добавляют 20 г винной кислоты.

Раствор Б - 16 г иодида калия растворяют в 40 мл дистиллированной воды.Затем растворы А и Б смешивают.

Перед употреблением 5 мл смеси растворов А и Б смешивают с 10 г винной кислоты и 50 мл дистиллированной воды.

Стандартные растворы

1.Стандартный раствор диквата концентрации 100 мкг/мл.Готовят из 99%-ного диквата растворением 10,1 мг препарата в воде в мерной колбе на 100 мл.Хранить следует в затемненном месте в холодильнике. раствор пригоден для употребления в течение 1 месяца.

2.Стандартный раствор эдила концентрации 100 мкг/мл.Готовят из

50%-ного эдила растворением 20 мг препарата в 100 мл воды. Хранить раствор следует в затемненном мете в холодильнике. Раствор пригоден для употребления в течение 1 месяца.

Приготовление катионообменных пластин

В случае приготовления пластин в лабораторных условиях поступают следующим образом. Товарный образец катионита - 50 г (зернение 0,2-0,5 мм) помещают в химический стакан, заливают пятикратным по объему количеством насыщенного раствора хлористого натрия и оставляют для набухания на 24 часа. После этого раствор декантируют, катионит переносят в делительную воронку, на дно которой предварительно помещают тампон стеклянной ваты, и промывают 2 н раствором хлористоводородной кислоты до полного удаления ионов трехвалентного железа (*проба с желтой кровяной солью*). После промывания кислотой уровень жидкости в воронке опускают до верхнего слоя катионита и отмывают катионит от избытка кислоты дистиллированной водой до нейтральной реакции промывных вод.

Для перевода катионита в натриевую форму его обрабатывают в делительной воронке 2 н раствором едкого натра. Обычно скорость пропускания раствора щелочи через катионит составляет 1 мл/мин. Обработку катионита щелочью заканчивают, когда концентрация едкого натра в вытекающей из воронки раствора будет равна концентрации в исходном (контролируют фильтрованием 2 н раствором хлористоводородной кислоты). После пропускания раствора щелочи жидкость в воронке спускают до верхнего слоя катионита и промывают катионит дистиллированной водой. Полноту отмывания катионита от щелочи проверяют по фенолфталеину. Отмытый от щелочи катионит переносят на воронку Бюхнера, отфильтровывают, подсушивают на фильтровальной бумаге до такого состояния, чтобы зерна свободно отделялись друг от друга. Подготовленный таким образом катионит может длительное время храниться в банке с притертой пробкой.

Для приготовления пластин 50 г катионита КУ-2-8(может быть использована и смола КУ-2) в натриевой форме размалывают на электрической мельнице и просеивают через сито с отверстиями 0,1 мм.Заваривают 1 г крахмала в 15-20 мл воды,нагретой до 60°С,охлаждают и разбавляют водой до 110 мл.В полученный коллоидный раствор засыпают 40 г просеянного катионита и тщательно перемешивают.Полученную однородную массу равномерно разливают пипеткой (10-12 мл на пластину) на тщательно вымытые горизонтально установленные стеклянные пластинки и покачиванием распределяют суспензию на поверхности пластинки.Сушат пластины 18-20 часов.

Пластины "Фиксион 50 х 8" и приготовленные в лабораторных условиях перед употреблением следует насыщать следующим образом.

Ионнообменную пластинку накладывают обратной стороной на стеклянную пластинку того же размера.Затем пластинку покрывают 4-мя слоями фильтровальной бумаги,так,чтобы 4-5 см этой бумаги были перевернуты на обратную сторону,закрепляют бумагу с помощью резинового кольца и помещают пластинку в хроматографическую камеру с 2,5% водным раствором хлорида аммония.Насыщение пластинки осуществляется при комнатной температуре в течение 24-х часов.

По окончании насыщения снимают полосу фильтровальной бумаги,высушивают пластинку и используют для проведения анализа.

III.Приборы и посуда

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

Весы аналитические ВЛР-200,2 класс,ГОСТ 18491-74.

Весы равноплечие ручные ВР-20,ТУ 64-1-2834-75.

Воронки делительные,ГОСТ 25336-82,емк.250,1000 мл.

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

Цилиндры измерительные,ГОСТ 1770-74,вместимостью 50,250 мл.

Колбы конические с пришлифованными пробками,ГОСТ 25336-82,вместимостью 50,250,500 мл.

Пипетки,ГОСТ 20292-74,вместимостью 1,5,10 мл с делениями на 0,01 и 0,1 мл.

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

Воронки простые конусообразные,ГОСТ 25336-82,диаметр 5-10 мм.

Хроматографическая камера,ГОСТ 10565-63.

Камера для опрыскивания пластинки.

Пульверизатор стеклянный,ГОСТ 25336-82.

Воронки Бюхнера,диаметр 15 см,ГОСТ 25336-82.

Стеклянные пластинки 9 х 18 см.

Стаканы химические,ГОСТ 25336-82,вместимостью 100-500 мл.

Электроплитка,ТУ 92-275-76.

Термометр лабораторный ТЛ-2,ГОСТ 215-73.

Электровентилятор (Фен).

Водоструйный насос,ГОСТ 25336-82.

Фильтродержатели.

Набор сит.

Колба Бунзена,ГОСТ 25336-82.

Линейка.

IV.Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 5 л/мин протягивают через обеззоленный фильтр("синяя лента",диаметр 5-6 см) помещенный в фильтродержатель. Для анализа отбирают 100 л воздуха.Срок хранения отобранных проб 5 суток.

V.Условия анализа

Фильтр с отобранной пробой воздуха переносят в стакан,заливают 5 мл дистиллированной воды и оставляют на 15-20 мин.

На катионообменные пластинки марки "Фиксион 50 х 8" либо приготовленные в лабораторных условиях пластинки количественно наносят микропипеткой аликвоту полученного раствора (0,5 мл) так,чтобы диаметр пятна не превышал 1 см.Центр пятна должен быть на расстоянии 1,5 см от нижнего края пластинки.Справа и слева от пятна пробы на расстоянии 1,5-2 см наносят стандартные растворы диквата и эдила,содержащие 0,5; 1,0;2,0 мкг вещества.Равные количества препаратов наносят в одну точку.Нанесение пробы и стандартных растворов осуществляют путем многократного касания катионита каплей раствора,выступающего из микропипетки,с промежуточным высушиванием под феном.Для избежания нарушения слоя не следует касаться микропипеткой слоя катионита.

Пластинку с нанесенными пробами помещают в хроматографическую камеру,куда за 15 мин до хроматографирования наливают смесь насыщенного водного раствора хлористого аммония и этилового спирта (25:1).Глубина погружения пластинки в раствор должны составлять 0,5 см.После подъема фронта растворителя на высоту 15 см от стартовой линии хроматографирование прекращают,пластинку выдерживают в вытяжном шкафу для испарения растворителя и обрабатывают одним из проявляющих реагентов.В случае использования реагента Драгендорфа зоны локализации веществ на хроматограммах имеют оранжево-красную устойчивую окраску.С восстанавливающим реагентом эдил дает синее окрашивание,дикват светло-зеленое.Окраска пятен быстро исчезает. R_f эдила 0,25; R_f диквата 0,34.

Количество диквата,эдила в пробе рассчитывают по площади пятна. Для этого вычисляют площадь пятна препарата пробы воздуха и площадь пятна стандарта,близкого по интенсивности окраски к пятну из пробы.Площадь пятен вычисляют аналогично вычислению площади прямоугольника,используя в качестве сомножителей размеры пятна по вертикальной и горизонтальной оси.Концентрацию диквата,эдила

в мг/м^3 воздуха (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G \cdot S_2 \cdot V}{S_1 \quad V_{20} \cdot V_1}$$, где

G – количество препарата в пятне стандарта, близком по окраске к пятну пробы, мкг;

S_1 – площадь пятна стандарта, мм^2;

S_2 – площадь пятна пробы, мм^2;

V – объем пробы, мл;

V_1 – объем аликвоты, отобранной для хроматографирования, мл;

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

VI. Требования безопасности

Необходимо соблюдать требования безопасности, рекомендуемые при работе с ядовитыми веществами, электрическими приборами.

gost.e-ecolog.ru