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

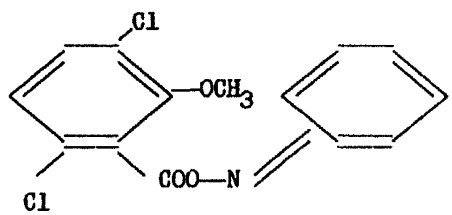
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

Сборник № 21
Часть 2-ая

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

Утверждено Министерством
здравоохранения СССР
" 29 " июля 1991 г
№ 6117-91

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ОКСИМА ДИКАМБЫ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ



Мол.масса 316,17

Оксим дикамбы.Химическое название:циклогексанон-О-(2-метокси-3,6-дихлорбензоил)-оксим.Белое кристаллическое вещество с Т плавл.56-60°С. Растворим в хлороформе,ацетоне,этилацетате,циклогексаноне,бензоле,четыреххлористом углероде.Нерастворим в воде.При температуре более 155°С автоматически разлагается.

ПДК в воздухе рабочей зоны оксима дикамбы не установлена.

1.Характеристика метода

Метод основан на хроматографическом определении оксима дикамбы в тонком слое силикагеля на пластинках "Силуфол" в подвижной фазе бензол: хлороформ (1:2)с последующим обнаружением зон локализации обработкой 0,5%-ным спиртовым раствором дифениламина и экспозицией в УФ-свете.

Отбор проб с концентрированием на бумажный фильтр и силикагель марки КСК.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы 0,5 мкг.

Нижний предел измерения в воздухе 0,01 мг/м^3 при отборе 50 л.

Диапазон измерения концентраций в воздухе 0,01-0,30 мг/м^3.

Измерению не мешают вещества,сопутствующие в производстве оксима дикамбы,и гербициды других классов.

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

Граница суммарной погрешности измерений не превышает ±15% (определена экспериментально согласно требованиям ГОСТ 12.1.016-79).

Время выполнения измерения, включая отбор проб, 4 часа.

2. Реактивы, растворы и материалы

Оксим дикамбы с содержанием основного вещества не менее 98%.

Ацетон, ГОСТ 2603-79, чда.

Бензол, ГОСТ 5955-75, хч.

Гексан, ТУ 6-09-3375-78.

Хлороформ, ТУ 6-09-1957-78, хч.

Дифениламин, ГОСТ 5825-70, чда.

Серебро азотнокислое, ГОСТ 1277-75, чда.

Соляная кислота, ГОСТ 3118-77, ч.

Спирт этиловый технический ректификованный, ГОСТ 5962-81.

Стандартный раствор № 1 оксима дикамбы концентрации 10 мг/мл готовят в мерной колбе вместимостью 100 мл растворением навески 1,0000 г в ацетоне. Раствор устойчив в течение месяца при хранении в холодильнике.

Стандартные растворы №2-№8 оксима дикамбы концентрации 0,0025; 0,0050; 0,0100; 0,0250; 0,0500; 0,1000; 0,1500 мг/мл готовят в мерных колбах вместимостью 100 мл разбавлением 0,025; 0,050; 0,100; 0,250; 0,500; 1,000 и 1,500 мл стандартного раствора № 1 смесью гексана и ацетона (3:1). Растворы устойчивы в течение месяца при хранении в холодильнике.

Проявляющий реактив: 0,4 г дифениламина растворяют в 100 мл этилового спирта. Раствор устойчив.

Силикагель марки КСК, ГОСТ 3956-76, зернение 0,25-0,50 мм. Силикагель кипятят с разбавленной (1:1) соляной кислотой в течение 3-4 часов, далее промывают сначала горячей, затем холодной дистиллированной водой до нейтральной реакции промывных вод и удаления следов хлоридов (проба с

нитратом серебра).После этого силикагель нагревают при 200-250°С в течение 3-4 часов.Силликагель можно использовать неоднократно,промывая его ацетоном.

Фильтр бумажный "синяя лента",ТУ 6-09-1678-77,промытый в ацетоне (10 мл). Пластинки "Силуфол" производства ЧССР размером 150х150 мм.

3.Приборы и посуда

Аспирационное устройство,ТУ 1862-77,или аналогичное.

Баня водяная.

Весы лабораторные,аналитические,ГОСТ 24101-80.

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

Монохроматор КФ-4 или аналогичный источник УФ-света.

Насос вакуумный ВН-461М.

Фильтродержатель ИРА-20оп.

Штативы лабораторные,ТУ 64-1-707-76.

Электроплитка,ТУ 92-275-76.

Камера хроматографическая стеклянная,тип СП-40,ГОСТ 25336-82.

Камера для опрыскивания,ГОСТ 11413-70.

Капилляры стеклянные.

Колбы грушевидные для отгонки растворителя на шлифах,ГОСТ 25336-82Е, вместимостью 100 мл

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

Микрошприц МШ-10 или МШ-10М.

Микропипетки,ГОСТ 20292-74.

Пипетки,ГОСТ 20292-74,различной вместимости с ценой деления 0,01 и 0,1мл.

Поглотитель для зерненых сорбентов с пористой пластинкой (модель Яворовской).

Пробирки градуированные со шлифом,ГОСТ 1770-74,вместимостью 15 мл.

Пульверизаторы стеклянные,ГОСТ 25336-82.

Стаканы химические,ГОСТ 25336-82,вместимостью 50 мл.

Цилиндры,ГОСТ 1770-74Е,различной вместимости .

4.Проведение измерения.

Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 5 л/мин протягивают через последовательно соединенные фильтродержатель с бумажным фильтром и поглотитель для зерненых сорбентов с 2 г силикагеля.Для анализа отбирают 50 л воздуха.Бумажный фильтр извлекают из фильтродежателя,сворачивают в виде трубочки и помещают в пробирку.Силикагель пересыпают в ту же пробирку.Пробы можно хранить в закрытом состоянии в течение недели.

Условия анализа

Содержимое пробирки заливают 10 мл ацетона и экстрагируют оксим дикамбы ацетоном дважды порциями по 10 мл,интенсивно встряхивая в течение 1-2 мин.Экстракты сливают в грушевидную колбу,концентрируют на ротационном испарителе до объема 0,5-1,0 мл,затем в слабом токе воздуха досуха.Остаток растворяют в 0,2 мл смеси гексан:ацетон (3:1).

На хроматографической пластинке "Силуфол" на расстоянии 15 мм от края намечают линию старта.На середину линии старта количественно наносят раствор пробы.Справа и слева от пятна пробы на расстоянии 15 мм друг от друга наносят по 0,2 мл стандарных растворов №2-№8 в виде отдельных пятен диаметром не более 10 мм.Содержание оксима дикамбы в пятнах соответствует 0,5;1,0;2,0;5,0;10,0;20,0 и 30,0 мкг.

Пластинку помещают в наклонном положении в хроматографическую камеру с подвижной фазой,элюируют на высоту 10 см,вынимают из камеры,подсушивают на воздухе в вытяжном шкафу.

Пластинку обрабатывают из пульверизатора проявляющим реактивом и, не подсушивая,помещают под источник УФ-света на 5-10 мин.Оксим дикамбы проявляется в виде фиолетовых пятен с R_f=0,70±0,02 на светлом фоне.

Количественное определение проводят либо с помощью денситометра, используя светофильтр с длиной волны 520-550 нм, по отношению интегральных значений содержания вещества в пятнах пробы и стандартного, либо путем измерения с помощью планиметра или прозрачной миллиметровой бумаги площади пятна пробы и соответствующего ему по интенсивности окраски стандартного пятна.

5. Обработка результатов анализа

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

$$X = \frac{H \cdot Snp}{Sct \cdot V_{20}},$$

где H - содержание оксима дикамбы в стандартном пятне, мкг;

Snp-площадь пятна пробы, мм^2;

Sct-площадь стандартного пятна, мм^2;

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

6. 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 санитарно-эпидемических учреждений системы Минздрава СССР (№ 2455-81, 20.10.81 г).

gost.e-ecolog.ru