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.

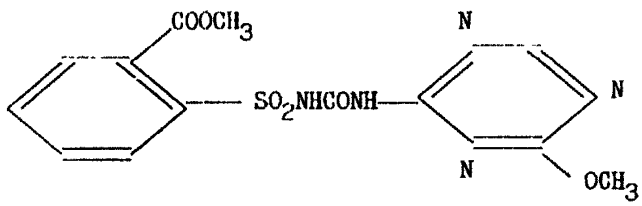
Утверждено Министерством
здравоохранения СССР

" 29 " июля 1991г.
№ 6082-91

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

Действующее вещество -N-(О-метил-карбоксисульфонил)-N'- (4-метил-6-мотокси-1,3,5-триазин -2-ил) мочевина.

Структурная формула



$C_{14}H_{18}O_6N_5$

М.м.381,36

Синонимы:грамекс,грамекс-мочевина.Химически чистое соединение- кристаллическое вещество слабожелтого цвета без запаха.Температура плавления 162-164°С.Препарат хорошо растворим в ацетоне.Степень чистоты 99,1%.

1 Характеристика метода

1.Определение основано на хроматографировании анализируемого препарата в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зон локализации вещества после обработки раствором бромфенолового синего и 2% раствором лимонной кислоты.

2.Отбор проб производится с концентрированием.

3.Предел измерения в анализируемом объеме - 5 мкг (ТСХ)

4.Предел измерения в воздухе 1 мг/м^3(при отборе 100 л).

5.Диапазон измеряемых концентраций 1-10 мг/м^3.

6.Определению не мешают наполнители технического препарата.

7.Граница суммарной погрешности,ТСХ $\pm$20 %.

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

II.Реактивы,растворы,материалы

Ацетон,осч.9-5,ТУ 6-09-3513-86.

Бензол,хч.,ГОСТ 5955-81.

Хлороформ,ч.,ГОСТ 20015-74.

Сульфат натрия безводный,ч.,ГОСТ 4166-76.

Лимонная кислота,хч.,ГОСТ 3652-74,2% водный раствор.

Нитрат серебра,ГОСТ 1277-81.

Бромфеноловый синий,ТУ 6-09-1058-76.

Пластинки "Силуфол"(Хемапол,ЧССР).

Проявляющий реактив.Раствор А:100 мг бромфенолового синего растворяют в 10 мл ацетона.Раствор Б: 1 г нитрата серебра растворяют в 40 мл воды и прибавляют 120 мл ацетона.Растворы А и Б сливают в мерную колбу на 200 мл и доводят до метки ацетоном.

Основной стандартный раствор грамекса,содержащий 100 мкг/мл,готовят растворением 10 мг препарата в мерной колбе на 100 мл в ацетоне. Растворы хранят в холодильнике не более 1-го месяца.

III.Приборы и посуда

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

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

Воронки химические,ГОСТ 25336-82.

Колбы конические,ГОСТ 25336-82,емкостью 100 мл.

Посуда мерная,ГОСТ 1770-74.

Камера хроматографическая,ГОСТ 25336-82.

Пульверизатор стеклянный,ГОСТ 25336-82.

Фильтродержатель.

Штатив,ТУ 64-1-707-71.

IV.Условия отбора проб воздуха

Исследуемый воздух аспирируют со скоростью 5 л/мин в течение 20 мин через фильтродержатель с бумажным фильтром "Синяя лента".

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

V.Условия анализа

После аспирации фильтр переносят в коническую колбу,приливают 20 мл хлороформа,встряхивают 15 мин.Экстракцию повторяют дважды.Сушат хлороформный экстракт безводным сульфатом натрия,переносят в колбу для концентрирования и отгоняют растворитель до объема 0,2-0,3 мл. Досуха удаляют растворитель на воздухе.Далее проводят определение методом ТСХ.

Определение методом ТСХ

Сконцентрированную пробу количественно наносят при помощи капиллярной 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 1,2,5,10 мкг препарата.

Пластинку с нанесенными растворами помещают в хроматографическую камеру, в которую за 30 мин до хроматографирования залита смесь бензол-ацетон 4:1.После поднятия фронта подвижного растворителя на 10 см,пластинку вынимают и оставляют на несколько минут на воздухе для испарения подвижного растворителя.После этого пластинку обрабатывают из пульверизатора раствором бромфенолового синего,а затем обесцвечивают 2%-ным раствором лимонной кислоты.

Препарат проявляется в виде пятна синего цвета на желтом фоне. Величина R_f=0,25.

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

Если содержание препарата в пробе превышает верхнюю границу диапазона (10 мкг), то для нанесения на пластинку необходимо брать аликвотную часть пробы (0,1-0,2 мл) параллельной пробы.

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

$$X = \frac{Y}{V_{20}}$$,где:

Y - количество препарата, найденное в хроматографируемом объеме в мкг, V_{20}-обьем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к нормальным условиям,л.

VI Требования безопасности

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

gost.e-ecolog.ru