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.

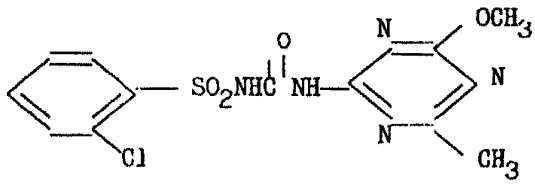
Утверждено
МИНИСТЕРСТВОМ
ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

6134-91

" 29 " июля 1991 года

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ ГЛИНА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Глин (2-хлор- N[4 метокси-6-метокси 1,3,5-триазан -2-ил) аминокарбонил]- бензолсульфонамид)



$C_{12}H_{12}ClN_5O_4S$

М.м. 357,5

относится к новой группе производных сульфонилмочевины. Белое кристаллическое вещество Т пл.-174-178°С, обладает малой летучестью, давление паров при температуре 25°С $4,6 \cdot 10^{-6}$мм рт.ст.

Растворим в диметилформамиде,хлороформе. Малотоксичен для теплокровных животных. При применении находится в воздухе в виде аэрозоля.

1. Характеристика метода

Определение основано на хроматографировании глина в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зон локализации препарата путем обработки смесью растворов бромфенолового синего и азотнокислого серебра, а затем раствором лимонной кислоты.

Отбор проб проводится с концентрированием (бумажный фильтр "Синяя лента", стеклянная гофрированная трубка,заполненная пенополиуретановой крошкой, аэрозольные фильтры).

Нижний предел измерения 0,5 мкг в пробе.

Климова, А.С.Зевина, В.М.Дорофеева.

Нижний предел измерения в воздухе 0,005 мг/м^3.

Диапазон измерения концентраций 0,005-10,0 мг/м^3.

Определению не мешают другие пестициды.

Граница суммарной погрешности измерения $\pm$ 10%.

Время выполнения измерения, включая отбор проб - 4 часа.

Реактивы, растворы, материалы

Глин

Хлороформ х.ч. ГОСТ 20015-74.

Гексан ч. ТУ 6-09-3375-78.

Ацетон х.ч. ГОСТ 2603-79.

Серебро азотнокислое ч.д.а. ГОСТ 1277-75.

Бромфеноловый синий ч.д.а. ТУ 6-09-1058-76.

Кислота лимонная ч. ГОСТ 2652-69,4%-ный раствор.

Фильтры АФА-ХА-20.

Пенополиуретан эластичный, бытовой, ОСТ 6-05-407-75. Измельчают на кусочки 2-5 мм, очищают ацетоном 12 час.,затем 24-36 часов хлороформом,высушивают. Хранят в закрытой посуде.

Фильтры бумажные безводные "Синяя лента" ТУ 6-09-1678-77.

Подвижная фаза: гексан: хлороформ: ацетон=2:2:1.

Проявляющий реактив:смесь равных объемов бромфенолового синего (0,4% водного раствора) и азотнокислого серебра (2% водного раствора). Реактив готовится перед употреблением. Стандартные растворы глина в хлороформе с концентрацией 100 мкг/мл и 10 мкг/мл.
Растворы хранить не более двух суток.

Приборы и посуда

Аспирационное устройство.

Стеклянные гофрированные трубки длиной 10 см.

Ротационный испаритель ИР-1М, ТУ 25-11-917-76.

Колба грушевидная для отгонки растворителя, ГОСТ 25336-82.

Колбы мерные, цилиндры ГОСТ 1770-74.

Пипетки ГОСТ 20292-74.

Камера хроматографическая стеклянная ГОСТ 25336-82.

Пульверизатор стеклянный ГОСТ 25336-82.

Микрошприц емкостью 10 мкл.

Пластинки для тонкослойной хроматографии "Силуфол" размером 150х150 мм, производство ЧССР.

Фильтродержатели.

Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 5 л/мин аспирируют через поглотитель(стеклянную гофрированную трубку, заполненную пенополиуретановой крошкой, аэрозольные фильтры,бумажные фильтры). Для измерения 1/2 ПДК следует отбирать 50,0 л воздуха.

Срок хранения проб- месяц при хранении в холодильнике.

Проведение измерения

Глин из поглотителей экстрагируют трижды по 10-15 мл хлороформом, выдерживая по 3-5 мин. Экстракты сливают в колбу для отгонки растворителя, отгоняют до обьема 0,2-0,3 мл.Подготовленные пробы количественно наносят при помощи капилярной пипетки на хроматографическую пластинку,диаметр пятна не должен превышать 1 см. Центр пятна располагают на расстоянии 1,5 см от нижнего края пластины. Справа и слева от пробы наносят стандартные растворы пестицида,содержащие 0,5;1;5 мкг препарата. Пластинку с нанесенными растворами помещают в хроматографическую камеру,в которую за 30 мин до хроматографирования наливают 20 мл смеси гексан: хлороформ: ацетон=2:2:1. После поднятия фронта подвижного растворителя на высоту 10 см, пластину вынимают из камеры и высушивают на воздухе. С помощью пульверизатора пластину обрабатывают проявляющим реактивом- смесью растворов бромфенолового синего и

азотнокислого серебра, а затем раствором лимонной кислоты для обесцвечивания фона. Глин проявляется в виде сине-фиолетовых пятен на желтом фоне с R_f 0.69. Окраска пятен устойчива в течение нескольких часов.

Количественное определение проводят путем визуального сравнения интенсивности окраски и измерением размера площади пятна пробы и стандартной шкалы.

Концентрацию глина в воздухе X в мг/м^3 вычисляют по формуле:

$$X = \frac{m \cdot S_{пр}}{S_{ст} \cdot V_{20}}$$, где

m - количество глина в стандарте, мкг;

$S_{пр} S_{ст}$ - площади пятен пробы, стандарта соответственно, мм^2

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

gost.e-ecolog.ru