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 № 24

МОСКВА
ЦЕНТР НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ИНФОРМАЦИИ,
ПРОПАГАНДЫ И РЕКЛАМЫ
1996 г.

gost.e-ecolog.ru

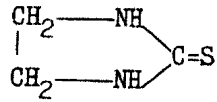
"Утверждено" Министерством здравоохранения СССР

"29" июля 1991 г

N 6267-91

Временные методические указания по измерению концентраций этилентиомочевины в воздухе рабочей зоны тонкослойной хроматографией.

1. Краткая характеристика препарата.



М.м. 102,17

Этилентиомочевина (ЭТМ) может образовываться в процессе синтеза или хранения при высокой температуре и повышенной влажности препаратов на основе этиленбисдитиокарбаминовой кислоты (цинеб, поликарбацин и др.).

В чистом виде кристаллы с Тпл 203-204° С. Нелетуча. Хорошо растворяется в воде, спиртах, полярных растворителях. Очень плохо - в неполярных растворителях.

В воздухе рабочей зоны может находиться в виде аэрозоля.

Соединение токсичное. При поступлении в организм в больших концентрациях действует как канцероген и мутаген.

ПДК или ОБУВ ЭТМ в воздухе рабочей зоны не установлены.

2. Характеристика метода.

Метод основан на хроматографическом выделении ЭТМ в тонком слое сорбента с последующим проявлением бромфеноловосиним реагентом.

2.1. Метрологическая характеристика метода.

Нижний предел измерения в хроматографируемой пробе 0,02 мкг.

Разработчики: Н.Е.Ремизова, К.Ф.Новикова (НИИХСЗР, г. Москва).

Нижний предел измерения в воздухе 0,0005 мг/м^3 (при отборе 200 л).

Диапазон измеряемых концентраций в воздухе 0,0005-0,01 мг/ м^3.

Измерению не мешают цинеб, поликарбацин и другие этиленбисдитио карбаматы и полупродукты их получения.Суммарная погрешность измерения не превышает ± 25%.Время выполнения измерения, включая отбор пробы, около одного часа.

2.2. Приборы, аппаратура, посуда.

Хроматографическая камера с пришлифованной крышкой по ГОСТ 25336-82 или аналогичная.

Аспирационное устройство, ТУ 64-1862-77, или аналогичное.

Фильтродержатель. Фильтры АФА-ХА-20.

Ротационный вакуумный испаритель, ИР-1М, по ТУ 25-11-917-76 или аналогичный.

Круглодонные колбы по ГОСТ 9737-70, вместимостью 50 мл.

Бюксы по ГОСТ 25336-82 Е, вместимостью 50 мл.

Мерные колбы по ГОСТ 1770-74 Е, вместимостью 100 мл.

Пульверизаторы стеклянные по ГОСТ 25336-82 Е.

Пипетки с делениями, ГОСТ 20292-74 Е на 10 и 1 мл.

Микрошприц на 100 мкл, ГОСТ 20292-74 Е, или аналогичный.

Градуированные пробирки с пробками на шлифах, ГОСТ 1770-74 Е.

Пинцет с зажимом и тонким кончиком.

Пластинки "Силуфол", производство ЧСФР.

2.3. Реактивы, растворы и материалы.

Этилентиомочевина, аналит.стандарт.

Стандартные растворы ЭТМ в метиловом спирте с содержанием 100 мкг/мл (раствор 1) и 1 мкг/мл (раствор 2). Стандартный раствор 1 готовят растворением 10 мг ЭТМ в метиловом спирте в мерной колбе вместимостью 100 мл. Стандартный раствор 2 готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора 1. Стандартные растворы устойчивы при хранении в холодильнике в течение трех месяцев.

Этиловый спирт, ректификат, ГОСТ 5962-67.

Метиловый спирт, чда, ГОСТ 6995-77.

Хлороформ, чда, ГОСТ 20015-74.

Бензол, чда, ГОСТ 5955-75.

Ацетон, чда, ГОСТ 2603-79.

Бромфеноловый синий, чда., ТУ 6-09-4530-77.

Азотнокислое серебро, чда, ГОСТ 1277-75.

Лимонная кислота, чда., ГОСТ 908-79 Е, 2%-ный водный раствор.

Проявляющий реагент. В 10 мл ацетона растворяют 0,05 г бромфенолового синего и доводят до 100 мл 15%-ным раствором азотнокислого серебра в водном ацетоне (соотношение ацетона и воды 3:1). Проявляющий реагент хранят в темном месте в склянке с притертой пробкой. При условии правильного хранения препарат стабилен в течение трех месяцев.

2.4. Отбор проб воздуха.

Воздух с объемным расходом 10 л/мин аспирируют через помещенный в фильтродержатель фильтр АФА-ХА-20. Для измерения ЭТМ на уровне 0,0005 мг/м^3 достаточно отобрать 200 л воздуха. Срок хранения проб - одни сутки.

2.5. Методика определения ЭТМ в воздухе рабочей зоны тонкослойной хроматографией.

Хроматографическую камеру за один час до начала хроматографирования заполняют подвижным растворителем (этиловый спирт-хлороформ-бензол, 20:30:20 по объему) для насыщения камеры его парами. Объем подвижного растворителя в камере должен быть таким, чтобы высота его слоя от дна камеры не превышала 1,0 см.

2.5.2. Проведение измерения.

Фильтр с помощью пинцета помещают в стеклянный бюкс вместимостью 50 мл, заливают 5 мл метилового спирта и бумагу несколько раз отжимают при помощи стеклянной палочки. Полученный экстракт переносят в круглодонную колбу вместимостью 50 мл. Следы растворителя отжимают стеклянной палочкой. Эту операцию повторяют еще два раза тем же количеством растворителя. Из объединенного экстракта с помощью ротационного вакуумного испарителя полностью отгоняют метиловый спирт. К сухому остатку пипеткой добавляют 0,5 мл метилового спирта, колбу закрывают пробкой на шлифе и ее стенки тщательно обмывают растворителем. На пластинку "Силуфол" микрошприцем на 100 мкл наносят 100 мкл подготовленной пробы. Справа и слева от рабочей пробы на стартовую линию наносят микрошприцем (по 100 мкл) градуировочные растворы, содержащие 0,02; 0,03; 0,04....0,1 мкг ЭТМ, подготовленные согласно таблице.

Шкала градуировочных растворов ЭТМ.

NN	Стандартный раствор (1 мкг/мл) мл	Метиловый спирт, мл	Концентрация полученного раствора, мкг/мл	Содержание в хроматографируемой пробе, мкг
1	2	8	2	0,02
2	3	7	3	0,03
3	4	6	4	0,04
...	...	...	...	...
9	10	0	10	0,1

Шкалу стандартов готовят ежедневно.

Пластинку помещают в хроматографическую камеру. Хроматограмму развивают в системе в системе этиловый спирт - хлороформ - бензол (20:30:20). После развития хроматограммы пластинку высушивают под тягой на воздухе, а затем обрабатывают из пульверизатора проявляющим реагентом. Через 2-3 мин пластинку обрабатывают из пульверизатора 2%-ным раствором лимонной кислоты. ЭТМ на хроматограммах проявляется в виде синих пятен на лимонно-желтом фоне с R_f 0,60± 0,05. Линейный диапазон детектирования 0,02-0,1 мкг.

Пятна стабильны в течение длительного времени. При высоких концентрациях ЭТМ в воздухе после упаривания раствора в колбу добавляют пипеткой 5-10 мл метилового спирта и далее поступают также, как описано выше.

Количественное измерение содержания ЭТМ в пробе проводят путем сравнения интенсивности окраски и площади пятен пробы и того стандарта, площадь и интенсивность окраски которого наиболее близки площади и интенсивности окраски пятна рабочей пробы.

2.5.3.Обработка результатов анализа.

Концентрацию ЭТМ в воздухе "С" (мг/м^3) вычисляют по формуле:

$$C=\frac{а.в}{б.V_{20}},\text{где}$$

а - содержание вещества в мкг, найденное в хроматографируемой пробе;

в - общий объем пробы, мл;

б - объем пробы, взятый для хроматографирования, мл;

V_{20} - объем пробы воздуха в л, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям (20° С, 760 мм. рт. ст.).

3. Требования техники безопасности.

Необходимо соблюдать общепринятые правила безопасности при работе с органическими растворителями и токсическими веществами.

gost.e-ecolog.ru