МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по определению микроколичеств пестицидов в продуктах питания, кормах и внешней среде

Сборник № 25

Москва
1997 г.

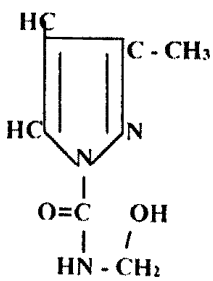
gost.e-ecolog.ru

Утверждено
Министерством здравоохранения СССР
"29" июля 1991 г.
№ 6236-91

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ КАРБАМОИЛ-МЕТИЛПИРАЗОЛА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ.

1. Краткая характеристика препарата.

Торговое название: ММП - модифицированный 1-карбамоил - 3 (5)-метилпиразол.
Химическое название 1-(N-метоксикарбамоил)-3(5)- метилпиразол.
Структурная формула:



Эмпирическая формула $C_6H_9N_3O_2$.
Молекулярная масса 155.
При 45° С - однородная жидкость с слабым запахом метилпиразола. ММП при 20°С в воде коагулируется и не растворяется. В изопропиловом спирте и ацетоне полностью растворяется.
ММП применяется в сельском хозяйстве в составе азотных удобрений как ингибитор нитрификации.
При применении в воздухе находится в виде паров и аэрозоля.

2. Методика измерения концентраций ММП в воздухе рабочей зоны.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Определение основано на хроматографировании в тонком слое пластинок "Силуфол" и обнаружении ММП о-толидиновым или йод-крахмальным реагентом (альтернатива) после предварительного хлорирования.
Отбор проб проводится с концентрированием (фильтры "синяя лента", пенополиуретан эластичный).

2.1.2. Избирательность методики.

Определению ММП не мешают близкие по структуре и области применения такие соединения как нитрапирин, 6-ХПК, тилт, байлетон, хлорамп, лонтрел, пропанид, базагран, ордран и др.

Разработчики: Бунятян Ю.А., Геворгян А.А., фил. ВНИИГИНТОКСА, г. Ереван.

2.1.3. Метрологическая характеристика.

Предел обнаружения в анализируемой пробе - 1 мкг.
Предел обнаружения в воздухе рабочей зоны - 0,04 мг/м³ (при отборе 25 л воздуха).
Диапазон измеряемых концентраций 0,04-4 мг/м³ .
Среднее значение процента обнаружения - 88,5% (при n=20 и p=0,95), стандартное отклонение - ± 7,9; относительное стандартное отклонение - ± 8,9%; доверительный интервал среднего результата - ± 3,7.
Граница суммарной погрешности измерения - ± 16,25%.

2.2. Реактивы, растворы и материалы.

ММП, х.ч.
Ацетон, ч.д.а., ГОСТ 2603-79.
Хлороформ, х.ч., ГОСТ 20015-74.
Спирт этиловый, х.ч., ТУ 6-1710-77.
Натрий сернокислый безводный, ч., ГОСТ 4166-76.
Уксусная кислота, х.ч., ГОСТ 61-75.
Хлороводородная кислота, конц., х.ч., ГОСТ 3118-77.
Калий марганцевокислый, х.ч., ГОСТ 20490-74.
Калия йодид, х.ч., ГОСТ 4232-74.
Крахмал водорастворимый, х.ч., ГОСТ 10163-76.
О-толидин, х.ч., ТУ 6-09-2992-73.
Бензол, ч.д.а., ГОСТ 5955-75.
Пластинки "Силуфол", производство ЧССР.
Фильтры бумажные обеззоленные "синяя лента", ТУ 6-09-1678-74, предварительно промытые смесью хлороформ-ацетон (1:1) и высушенные.
Пенополиуретан эластичный (ППУ) бесцветный, ТУ 6-09-1688-79, очищенный ацетоном (12 часов) и хлороформом (36-48 часов) в аппарате Сокслета, размер частиц ППУ 3-5 мм.

2.3. Приборы, посуда и аппаратура.

Поглотительные гофрированные стеклянные трубки длиной 8-12 см.
Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-77.
Микропипетки на 0,1 мл, ГОСТ 20292-74.
Колбы мерные на 50 и 100 мл, ГОСТ 1770-74.
Колбы конические на 100 мл, ГОСТ 10394-72.
Колбы грушевидные для отгонки растворителя, ГОСТ 10394-72.
Воронки химические, ГОСТ 8613-75.
Камера хроматографическая, ГОСТ 25336-82.
Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 10391-79.
Эксикатор.
Механический встряхиватель, ТУ 64-1-2451-72.
Ротационный испаритель ИР-1М, ТУ 25-11-917-74.

2.4. Отбор проб воздуха.

Для улавливания аэрозоля и паров ММП, исследуемый воздух со скоростью 5 л/мин протягивают через последовательно соединенные фильтр "синяя лента" и две гофрированные стеклянные трубки с пенополиуретаном (ППУ) в течение 5 мин (25 л воздуха).
Анализ проб проводят сразу после отбора.

2.5. Подготовка к определению.

2.5.1. Приготовление стандартного раствора.

Основной стандартный раствор ММП, содержащий 100 мкг/мл вещества готовят растворением 10 мг ММП в хлороформе в мерной колбе на 100 мл. Стандартные растворы с содержанием 10 и 1 мкг/мл ММП готовят из основного стандартного раствора соответствующим разбавлением хлороформом. Растворы можно хранить в холодильнике не более 1 месяца.

2.5.2. Приготовление проявляющих реагентов.

Проявляющий реагент I: а) 0,2 г о-толидина растворяют в 2 мл уксусной кислоты; б) 0,8 г калия йодида растворяют в 2 мл дистиллированной воды. Растворы а) и б) смешивают и доводят водой до 200 мл.

Проявляющий реагент II: а) 1% водный раствор калия йодида; б) 3% водный раствор крахмала. Непосредственно перед употреблением смешивают растворы а), б) и этиловый спирт в соотношении 2,5: 2,5: 1.

2.5.3. Приготовление раствора для хлорирования.

Раствор для хлорирования: смешивают равные объемы 3% раствора калия марганцевокислого и 12% раствора хлороводородной кислоты. Через 5-10 минут употребляют.

2.6. Описание определения.

Фильтры и ППУ из поглотительных трубок помещают в коническую колбу со шлифом, заливают 30 мл хлороформа, закрывают пробкой и оставляют на 30 мин при периодическом встряхивании. Хлороформ сливают через слой безводного сульфата натрия в колбу для отгонки растворителя. ППУ и фильтры снова промывают 2х 20 мл хлороформа, тщательно отжимая стеклянной палочкой, и сливают в колбу для отгонки. Растворитель отгоняют под вакуумом при температуре водяной бани 30°С до 0,5 мл, после чего количественно переносят на пластинку "Силуфол".

Пластинку с нанесенными пробами и стандартными растворами, содержащие известное количество ММП, помещают в камеру для хроматографирования со смесью бензол-уксусная кислота в соотношении 40: 30. После поднятия фронта растворителя на 12 см её извлекают из камеры и помещают в эксикатор с хлорирующим раствором на 3-5 мин. Пластинку проветривают под током воздуха до полного удаления хлора, а затем обрабатывают о-толидиновым или йод-крахмальным реагентом. ММП проявляется в виде фиолетовых пятен с величиной $R_f = 0,63 \pm 0,02$.

2.7. Обработка результатов анализа.

Количественная оценка препарата проводится путем сравнения интенсивности окраски и площади пятна пробы и стандартных растворов по формуле: $X = \frac{A}{V_{20}}$

где: X - содержание ММП в пробе, мг/м³ ;
A - количество ММП, найденное сравнением со стандартами, мкг;
V_{20} - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

3. Требования техники 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, отделениях, отделах санитарно-эпидемиологических учреждений системы МЗ СССР (№ 2455-81 от 20.10.81).

gost.e-ecolog.ru