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.

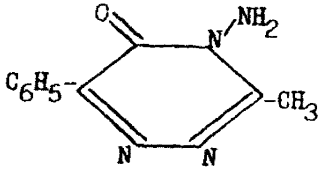
N 6196-91

Временные методические указания по измерению концентраций метамитрона в воздухе рабочей зоны.

1. Краткая характеристика препарата.

Метамитрон - 4-амино-3-метил-6-фенил-1,2,4-триазин-5-(4Н)-он - является действующим веществом гербицидного препарата голтикс Байер, Германия.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_{10}H_{10}N_4O$

Молекулярная масса:202,1.

Белое кристаллическое вещество, Тпл 166,6 °С. Растворимость в воде 1,8 г/л, плохо растворим в большинстве органических растворителей (в хлористом метилене, циклогексане 1,0-5,0%; в изопропиловом спирте, толуоле до 1%). Давление паров 1.10^{-4} мм.рт.ст. (t°=20-70° С). Неустойчив в сильно щелочных средах, более устойчив в нейтральной и кислой средах.

Метамитрон (голтикс) применяется для борьбы с сорными растениями при возделывании сахарной свеклы (3-5 кг/га), $ЛД_{50}$ для экспериментальных животных 1000-3000 мг/кг. ДОК (Западная Европа) в сахарной свекле 0,05 мг/кг.

2. Методика определения метамитрона в воздухе рабочей зоны.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Методика определения метамитрона основана на концентрировании препарата из воздуха на фильтре, экстракции гербицида органическим растворителем и определении анализируемого соединения тонкослойной хроматографией.

Разработчики: Н.И.Рева, В.Н.Ракитский (УкрНИИГИНТОКС); П.М.Кислумко, А.М.Борисевич (БелНИИЗР), А.А.Ляпкало (Рязанский мед. институт).

2.1.2. Метрологическая характеристика метода.

Предел измерения в анализируемом объеме - 0,2 мкг.

Предел измерения в воздухе - 0,005 мг/м^3.

Диапазон измеряемых концентраций 0,005-0,01 мг/м^3.

Граница суммарной погрешности ±14%.

Определению не мешают бетанал, ленацил, триамин, метафос, ТХА (трихлорацетат натрия).

2.2. Реактивы, растворы, материалы.

Метамитрон , аналитический стандарт, фирма "Байер" (Германия).

Ацетон, ГОСТ 2603-79, чда.

Гексан, ТУ 6-09-3375-78, хч.

Этилацетат, ГОСТ 22300-76, хч.

Хлороформ, ГОСТ 215-74.

Бензол, ГОСТ 5955-78, чда.

Этанол, ректификат, ГОСТ 5962-81.

Кислота серная, ГОСТ 4204-77, чда.

Натрий сернокислый, безводный, хч., ГОСТ 4166-76.

Стандартные растворы метамитрона, содержащие 10, 50, 100 мкг/мл препарата. Стандартные растворы следует хранить в темном прохладном месте не более двух месяцев.

2.3. Приборы и посуда.

Испаритель ротационный ИР-1М, ТУ 25-11-317-74.

Источник УФ-света (лампа типа ПРК-4).

Хроматоскоп.

Водоструйный насос КМ 1230, ТУ 64-1-816-72.

Колбы для концентрирования ОКШ-50-14/23 ТС; ГОСТ 10394-72.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, 100 мл.

Цилиндры, мензурки, пробирки.

Микропипетки 0,1;1, ГОСТ 20292-74.

Пластинки для тонкослойной хроматографии "Силуфол".

Бумажные фильтры обеззоленные "синяя лента", диаметр 5,5-6,0 см, ТУ 6-09-1678-77.

Фильтродержатель.

Пипетки на 1; 5; 10 мл, ГОСТ 20292-74.

Водяная баня, ТУ 64-1-2850-76.

Весы аналитические ВЛА-200 М.

Камера хроматографическая, ГОСТ 10565-75.

Камера для опрыскивания пластинок, ТУ 25-11-430-75.

2.4. Отбор проб.

Воздух со скоростью 2-5 л/мин аспирируют через бумажный фильтр "синяя лента", закрепленный в фильтродержатель.

Продолжительность отбора пробы - 30 мин.

Длительность хранения проб в стеклянной таре в затемненном от света месте не более 5-ти суток.

2.5. Подготовка к определению.

2.5.1. Приготовление растворов и проявляющих реактивов.

1. Раствор азотнокислого серебра.

2 г азотнокислого серебра растворяют в 5 мл дистиллированной воды, затем доводят объем жидкости до 100 мл. Раствор хранят в холодильнике в затемненном месте.

2. Проявляющий реактив - бромфеноловый реагент.

Смесь растворов бромфенолового синего (БФС) и азотнокислого серебра. Готовят два раствора: 1. 0,5% водно-ацетоновый (1:3) раствор азотнокислого серебра. 2. 10 мл 6%-ного раствора бромфенолового синего в ацетоне. Раствор 2 разбавляют раствором 1 до объема 100 мл. Хранят проявляющий реактив в темном прохладном месте. Годен к употреблению в течение 3-5 дней.

После обработки хроматограмм бромфеноловым реагентом фон осветляют обработкой пластин 2%-ным водным раствором лимонной кислоты или 5%-ным водным раствором уксусной кислоты.

2.5.2. Приготовление пластин "Силуфол".

Пластинку "силуфол" помещают в хроматографическую камеру, содержащую смесь растворителей ацетон-25%-ный аммиак в соотношении 7:3 (по объему).

Глубина погружения пластинки в растворитель составляет 0,5 мм. После подъема фронта растворителя до верхнего конца пластинки ее вынимают из камеры и выдерживают на воздухе до испарения растворителей. После этого пластинка готова к употреблению. Хранят подготовленные пластинки в эксикаторе под слоем осушителя.

2.6. Проведение определений.

2.6.1. Подготовка проб к анализу.

Бумажный фильтр из фильтродержателя переносят в делительную воронку, заливают 15-20 мл этилацетата и препарат экстрагируют в течение 10-15 мин при перемешивании. Экстракцию повторяют дважды свежими порциями этилацетата. Объединенный экстракт фильтруют через безводный сульфат натрия и затем упаривают на ротационном испарителе при температуре 40° С досуха. Сухой остаток растворяют в 1 мл гексана.

2.6.2. Условия хроматографирования.

0,2 мл полученного раствора наносят микропипеткой на очищенную пластинку "силуфол". Рядом с пробой наносят стандартные растворы, содержащие 1, 5, 10 мкг метамитрона. Пластинку помещают в камеру для хроматографирования, заполненную смесью растворителей:

бензол-ацетон 2:1 (R_f -0,5);

хлороформ-ацетон 2:1 (R_f -0,5);

хлороформ-этанол 9:1 (R_f -0,45).

После подъема фронта растворителя от линии старта на высоту 10 см

хроматографирование прекращают. Пластинку выдерживают в вытяжном шкафу до испарения растворителей и проявляют одним из проявляющих реагентов. В случае использования бромфенолового синего препарат проявляется в виде синих пятен; при использовании 2% раствора азотнокислого серебра - в виде коричневых. При просматривании пластин под хроматоскопом метамитрон обнаруживается в виде темно-синих пятен на желтом флуоресциирующем фоне.

2.6.3. Обработка результатов анализа.

Количество метамитрона в пятне определяют путем сравнения размера пятен пробы и стандартов. Содержание гербицида в пробе рассчитывается по формуле:

$$X=\frac{J.V}{Y_{20}.0,2}$$, где

X - концентрация препарата в воздухе рабочей зоны, мг/м^3;

J - количество препарата в пятне пробы, найденное путем сравнения со стандартом, мкг;

V - окончательный объем экстракта в пробе, мл;

Y_{20} - объем пробы воздуха, отобранный для анализа и приведенный к нормальным условиям, л;

0,2 - объем экстракта пробы, нанесенной на пластинку, мл.

3. Требования техники безопасности.

Соблюдать все необходимые требования техники безопасности при работе в химических лабораториях, а также правила производственной санитарии, противоэпидемического режима и личной гигиены при работе в лабораториях (отделениях, отделах) санитарно-эпидемиологических учреждений систем МЗ СССР (N 2455-81 от 20.10.81).

gost.e-ecolog.ru