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 № 22
Часть 1-ая

МОСКВА
ЦЕНТР НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ИНФОРМАЦИИ,
ПРОПАГАНДЫ И РЕКЛАМЫ
1994 г.

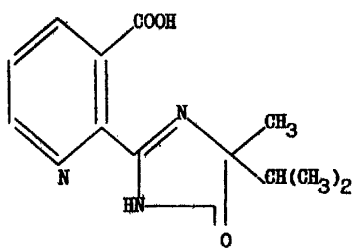
gost.e-ecolog.ru

УТВЕРЖДЕНО
МИНИСТЕРСТВОМ ЗДРАВО-
ОХРАНЕНИЯ СССР
„ 29„ июля 1991 г.
№ 6239-91

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ ИМАЗАПИРА (АРСЕНАЛА) В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

1.Имазапир (арсенал,чапер);Действующего начало :
2-(4-изопропил-4-метил-5-оксо-2-имидазолин- 2-ил) никотиновая кислота

Структурная формула:



$C_{13}H_{15}N_3O_3$

М.м.261.3

Белый порошок со слабым запахом уксуса.Т пл.169-170^{0}С.Давление пара при 45^{0}С менее 2.10^{-7}мм.рт.ст.Растворимость в воде 10-15 г/л при 25^{0}С.Ограничено растворим в органических растворителях.

Применяется в качестве гербицида и арборицида.

Малотоксичен. $ЛД_{50}$ для крыс более 5000 мг/кг.

В воздухе может находиться только в виде аэрозоля.

Разработчики:Маслаков С.Е.,Басова Ю.Г.,Сабуров Г.Г.,Бороздина Л.К., Петрова Р.К.,Ленинградский НИИ Лесного хозяйства.

1. Характеристика метода

Метод основан на (газохроматографическом) определении мет лового эфира имазапира с термоионным детектором после аспирационного отбора пробы воздуха.

Отбор проб производится с концентрированием (бумажный фильтр,"синяя лента").

Предел измерения 1нг в анализируемом обьеме пробы.

Предел измерения в воздухе 0,017 мг/м^3 (при отборе 60 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций 0,017- 0,330 мг/м^3.

Метод специфичен, другие гербициды и арборициды (например, симм.-триазины, велпар, раундап, глифосинат аммония, 2,4-Д, гарлон) определению не мешают.

Граница суммарной погрешности $\pm$ 16%.

2. Приборы, аппаратура и посуда

Весы аналитические, ВЛР - 200г, ТУ 25-06-1131-75.

Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-77, модель 882.

Газовый хроматограф с термоионным детектором ("Цвет 550" или аналогичный).

Фильтродержатели.

Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М, ТУ 25-112917-74.

Вакуумный водоструйный насос, ГОСТ 25336-82.

Микрошприц МШ-10 М, ТУ 2.833.106.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, емкость 50 и 100мл.

Пипетки,ГОСТ 20292-74, емкостью 1,2,5, и 10 мл.

Колбы грушевидные,ГОСТ 25336-82, емкостью 100 мл ГР-100-29/32.

Стаканы химические емкостью 100 мл, ГОСТ 25336-82.

Стеклянные палочки.

3. Реактивы, растворы, материалы

Вода дистиллированная.

Метанол, х.ч., ГОСТ 6995-77, свежеперегнанный.

Этанол 96%-ный, ТУ 6-09-1710-77.

Триметиланилин, ч., ТУ 6-09-10-915-73.

Жидкая фаза - OV- 17.

Жидкая фаза PS- 300.

Носитель- хромосорб 750 (100-120 меш).

Азот высокой чистоты, ТУ 6-16-40-1488.

Водород, ГОСТ 3022-70 , из баллона с редуктором или из генератора водорода.

Воздух, ГОСТ 11882-73 , из баллона с редуктором или нагнетаемый компрессором.

Фильтры бумажные беззольные, "синяя лента", ТУ 6-09-1678-77.

Основной стандартный раствор имазапира в метаноле с содержанием 100 мкг/мл. Хранят в холодильнике до трех месяцев.

0,2 М раствор гидроокиси триметиланилина в метаноле - готовится растворением триметиланилина в свежеперегнанном метаноле.

4. Отбор проб воздуха

Воздух со скоростью 3 л/мин аспирируют через помещенный в фильтродержатель бумажный фильтр "синяя лента". Отбирают 60 л воздуха. Пробы, отобранные на фильтр можно хранить в закрытых боксах в холодильнике в течение 10 дней.

5. Приготовление рабочих растворов

В мерные колбы на 50 мл помещают по 0.5; 1; 2.5; 5; 10 мл основного стандартного раствора и доводят до метки метанолом. Получают растворы с

концентрацией 1, 2, 5, 10 и 20 мкг/мл соответственно. Хранят в холодильнике в течение 3 месяцев. Перед хроматографированием к 1 мл рабочего раствора добавляют 50 мкл 0,2 м раствора гидроокиси триметиланилина в метаноле.

6. Проведение измерения

Фильтр из фильтродержателя переносят с помощью пинцета в химический стакан емкостью 100 мл. Содержимое стакана заливают 15 мл смеси воды с этанолом в соотношении 20:80 (по объему), дают постоять 15 мин, периодически встряхивая. С помощью стеклянной палочки многократно отжимают фильтр, переносят раствор в грушевидную колбу емкостью 100 мл. Фильтр промывают еще два раза той же смесью растворителей, каждый раз используя 15 мл смеси, тщательно отжимая последние капли с помощью стеклянной палочки. Экстракты объединяют и выпаривают растворители на ротационном вакуумном испарителе досуха при температуре бани 40^{0}С. Остаток растворяют в 1 мл метанола, тщательно обмывая стенки колбы. Добавляют 50 мкл 0,2 М раствора гидроокиси триметиланилина в метаноле и вводят в испаритель хроматографа 1 мкл полученного раствора.

7. Условия хроматографирования

Хроматографирование проводят при следующих условиях: газовый хроматограф, снабженный термоионным детектором и стеклянной колонкой (1800 х 4 мм), заполненной хромосорбом 750 (100-120 меш) с 3.8% OV-17. Температура термостата колонки 230^{0}С, испарителя 250^{0}С, детектора 300^{0}С.

Скорость потока газа-носителя (азота высокой чистоты) 30 мл/мин, водорода 3,3 мл/мин, воздуха 55 мл/мин. Абсолютное время удерживания метилового эфира имазапира 8,40^{+} 0,40 мин. Для дополнительной идентификации может быть использована стеклянная колонка (1200 х 4 мм), за-

полненная хромосорбом 750 (100-120 меш) с 5% PS- 300. Температура колонки 200^{0}С. Остальные условия те же. Абсолютное время удерживания метилового эфира имазапира 9,70$\pm$0,45 мин.

Объем раствора, вводимый в хроматограф, 1 мкл. Скорость протяжки диаграммной ленты 2,5 мм/мин. Линейность детектирования проверена в диапазоне 1-100 нг.

8.Расчет концентрации

Расчет концентрации препарата в воздухе (X) в мг/м^3 производят по формуле:

$$X=\frac{G \cdot H_{пр}}{H_{ст} \cdot V_{20}}$$,где

G-количество арсенала в 1 мл стандартного раствора метилового эфира имазапира,мкг;

$H_{пр}$,$H_{ст}$-высота пика на хроматограмме исследуемого и стандартного растворов соответственно,мм;

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

9.Требования безопасности

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

gost.e-ecolog.ru