

**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.**

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
" 29 " июля 1991 г.
№ 6116-91

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ
4-НИТРО-О-КСИЛОЛА И 3-НИТРО-О-КСИЛОЛА В ВОЗ-
ДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

1. Краткая характеристика веществ

Наименование характеристики	Величина	
	4-нитро-оксилола	3-нитро-оксилол
1	1	1
1	2	3
1	1	1
1. Структурная формула		
2. Эмпирическая формула	$C_8H_9O_2N$	$C_8H_9O_2N$
3. Мол. масса	151,17	151,17
4. Агрегатное состоение	кристаллы (при 20°C)	жидкость желтого цвета
5. Температура плавления $^{\circ}C$	30	15
6. Температура $^{\circ}C$ кипения,	258	240-250
7. Растворимость	Растворим в большинстве орг.р-лей, в воде не растворим	Растворим в боль- шинстве орг.р-лей, в воде не растворим
8. Агрегатное со- стояние в возду- хе рабочей зоны	пары	пары
9. ПДК в воздухе ра- бочей зоны, мг/м ³	5	5

Разработчики: И.И.Пиленкова, А.Д.Фатьянова, ВНИТИГ, г.Уфа

2. Методика определения 4-нитро-о-ксилола и 3-нитро-оксилола в воздухе рабочей зоны

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода.

Метод основан на тонкослойной хроматографии на пластинах "Силуфол" с обнаружением зоны локализации нитроксилолов после их восстановления до ксилидинов с помощью диазотирующего и азосочетающего реагентов.

Отбор проводится с концентрированием в неподвижный слой твердого сорбента (полисорб-1)

2.1.2. Метрологическая характеристика.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме 1 мкг каждого нитро-ксилола.

Нижний предел измерения в воздухе 1 мг/м³ (при отборе 150 л воздуха).
Диапазон измеряемых концентраций 1-10 мг/м³.

Граница суммарной погрешности не превышает $\pm 15\%$

2.1.3. Избирательность метода.

Определению не мешают нитробензол, анилин, ксилидины.

2.2. Реактивы, растворы, материалы.

4-нитро-о-ксилол, ч, ТУ 6-09-15-172-75.

3-нитро-оксилол, с содержанием основного вещества не менее 96%.

Хлороформ для хроматографии, ТУ 6-09-4263-76:

Гексан, ч, ТУ 6-09-3375-78.

1-Нэфтол, чда, ГОСТ 5838-79.

Калия гидроокись, ч, 9285-78.

Кислота соляная, хч, ГОСТ 3118-77.

Натрий азотистокислый, хч, ГОСТ 4197-74.

Олово двуххлористое, ГОСТ 4197-74.

Пластиинки "Силуфол" производства ЧССР размером 150x150 или 200x200 мм.

Полисорб-1, ТУ 6-09-3602-74, фр. 0,25-0,50 мм.

Стандартные растворы № 1 и № 2 соответственно 4-нитро-о-ксилола и 3-нитро-оксилола готовят в мерной колбe вместимостью 100 мл растворением навески 0,1000 г в хлороформе. Растворы устойчивы в течение недели.

Подвижная фаза - гексан, готовят в хроматографической камере за 30 мин до хроматографирования в таком количестве, чтобы пластиинка погружалась не более, чем на 0,5 см.

Реактив №1 (восстанавливающий): 1%-ный раствор двуххлористого олова в 10%-ном водном растворе соляной кислоты. Устойчив в течение 2-х недель.

Реактив №2 (диазотирующий): в смесь 46 мл воды и 4 мл конц. соляной кислоты вносят 1 г азотистокислого натрия. Раствор готовят перед употреблением.

Реактив №3 (азосочетающий): в раствор 2,8 г гидроокиси калия в 50 мл воды вносят 0,1 г 1-нафтола.

Реактив устойчив в течение длительного времени.

2.3. Приборы, посуда.

Аспирационное устройство.

Колонка стеклянная длиной 20 см, внутренним диаметром 8 мм.

Пробирки градуированные, ГОСТ 1770-74, вместимостью 20 мл.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, вместимостью 100 мл.

Камера хроматографическая стеклянная типа СП-4,0, ГОСТ 25336-82.

Пульверизаторы, ГОСТ 25336-82.

Микрошприц МШ-10М, ТУ 2-833-106.

2.4. Условия отбора проб воздуха

Воздух объемным расходом 10 л/мин аспирируют через стеклянную колонку, заполненную полисорбом-1 (высота слоя 10 см).

Полисорб предварительно промывают 100 мл хлороформа и сушат в сушиль-

ном шкафу при 80⁰С. Колонка может использоваться многократно без замены сорбента. Пробы можно хранить в течение недели.

2.5. Проведение определения

2.5.1. Подготовка проб к анализу.

Через колонку с пробой со скоростью 80-100 кап/мин пропускают хлороформ. Собирают первые 15 мл элюата.

2.5.2. Условия хроматографирования

На хроматографической пластинке на расстоянии 15 мм от края намечают линию старта. В центре ее наносят 0,1 мл пробы, справа и слева наносят стандартную шкалу. Для ее приготовления в градуированные пробирки микрошипцем вносят по 1,3,5,8,10 мкл стандартных растворов № 1 и № 2 и приливают по 0,1 мл хлороформа. Содержимое пробирок наносят в виде пятен на расстоянии 150 мм друг от друга. Содержание веществ в пятнах шкалы соответствует 1,3,5,8,10 мкг каждого нитроксилюла и составляет линейный диапазон детектирования. Диаметр пятен не должен превышать 5-8 мм.

После нанесения пятен пробы и стандартной шкалы пластинку помещают в хроматографическую камеру. При высоте пластинки 20 см хроматограмму развивают на 18-19 см, если высота пластинки 15 см, то после развития хроматограммы на 12-13 см пластинку вынимают, сушат и повторяют хроматографирование на ту же высоту. Затем пластинку обрабатывают восстановляющим реагентом, сушат до исчезновения запаха соляной кислоты и нагревают 5 мин при 120⁰С в сушильном шкафу. Зону локализации определяют с помощью последовательной обработки дигазотирующими и азосочетающими реактивами.

4-нитро-о-ксиол проявляется красным пятном с R_f 0,21 \pm 0,05.

3-нитро-о-ксиол -оранжевым пятном с R_f 0,17 \pm 0,05 (при высоте пластинки 20 см). Окраска пятен устойчива.

2.5.3. Обработка результатов анализа

Количественное измерение содержания нитроксилов проводят либо путем измерения с помощью планиметра площади пятен пробы и стандартного, имеющего одинаковую интенсивность окраски с пятном пробы, либо с помощью денситометра.

При использовании планиметра количество вещества "M" (в мкг) в анализируемом объеме пробы находят по формуле:

$$M = \frac{M \cdot S_x}{S_{ct}}, \text{ где}$$

M - содержание вещества в стандартном пятне, мкг;

S_x, S_{ct} - площади пятен пробы и стандарта, мм^2 .

При использовании денситометра содержание вещества в анализируемом объеме пробы находят по отношению интегральных значений содержания вещества в пятнах пробы и стандарта.

Концентрацию вещества "C" в воздухе в $\text{мг}/\text{м}^3$ вычисляют по формуле:

$$C = \frac{M \cdot V}{A \cdot V_{20}}, \text{ где}$$

M - количество вещества в анализируемом объеме раствора пробы, мкг;

A - объем раствора пробы, взятый для анализа, мл;

V - общий объем раствора пробы, мл;

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

3. Требования 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 г.