

**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.**

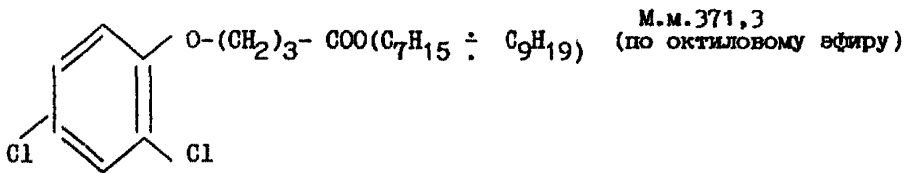
Утверждено Министерством
здравоохранения СССР
" 29 " июля 1991 г
№ 6119-91

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ

C_7-C_9 - эфиров 2,4ДМ;2,4Д и 2,4,5-ТП-КИСЛОТ В ВОЗДУХЕ
РАБОЧЕЙ ЗОНЫ МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

1. Краткая характеристика веществ

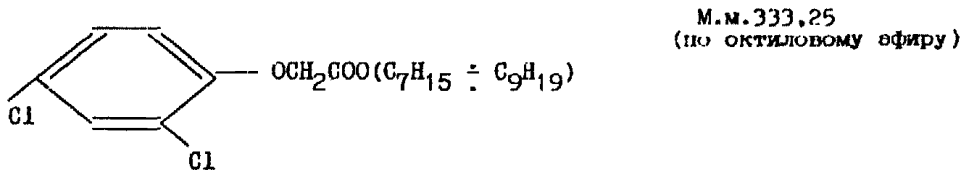
$C_7 - C_9$ - эфиры 2,4- ДМ;



Химическое название : C_7-C_9 - эфиры 2,4-дихлорфенокси-масляной кислоты.

Физические свойства-темная маслянистая жидкость. Растворимы в органических растворителях. Практически нерастворимы в воде.

C_7-C_9 - эфиры 2,4Д(октапон):

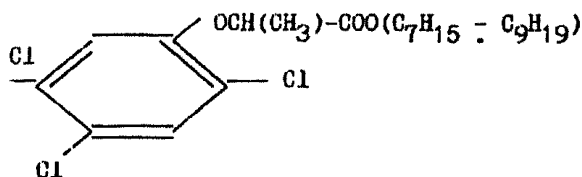


Химическое название : C_7-C_9 - эфиры 2,4-дихлорфеноксиуксусной кислоты

Разработчики: И.И.Пилленкова, А.Д.Фатьянова, Р.Г.Юркова, ВНИИГ, г.Уфа

Физические свойства—темно-коричневая маслянистая жидкость со специфическим запахом. Растворимы в органических растворителях. Практически нерастворимы в воде.

C_7-C_9 -эфиры 2,4,5-ТП:



М.м. 387,1
(по октиловому эфиру)

Химическое название: C_7-C_9 -эфиры 2,4,5-трихлорфеноксипропионовой кислоты.

Физические свойства: темно-коричневая маслянистая жидкость.

Растворимы в органических растворителях, нерастворимы в воде.

В воздухе эфиры находятся в виде тумана и паров.

ПДК C_7-C_9 эфиров 2,4Д (по октанону) в воздухе рабочей зоны 1 мг/м^3 .

2. Методика определения C_7-C_9 -эфиров 2,4ДМ, 2,4Д и 2,4,5-ТП в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Метод основан на хроматографическом определении исследуемых веществ в тонком слое силикагеля в подвижной фазе (бензол) с обнаружением зон локализации с помощью раствора дифениламина и УФ-облучением до и после обработки реагентом.

Отбор проб проводится с концентрированием на пенополиуретановую крошку.

2.1.2. Метрологическая характеристика

Нижний предел измерения 3 мкг в анализируемом объеме раствора пробы (для всех трех эфиров).

Нижний предел измерения в воздухе 0,4 мг/м³ (при отборе 150 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций от 0,4 до 4,0 мг/м³.

Граница суммарной погрешности измерения не превышает $\pm 25\%$.

2.1.3. Избирательность метода

Определению не мешают галогид феноксиалканкарбоновые кислоты, их эфиры, спирты, фенолы, гербициды других классов.

2.2. Реактивы, растворы, материалы

C₇-C₉- эфиры 2,4ДМ с содержанием не менее 90%.

C₇-C₉- эфиры 2,4Д с содержанием не менее 90%.

C₇-C₉- эфиры 2,4,5-ТП с содержанием не менее 90%.

Ацетон, ГОСТ 2603-79, чда.

Бензол, ГОСТ 5955-75, чда.

Спирт этиловый технический, ГОСТ 18300-87.

Дифениламин, ГОСТ 5825-70.

Проявляющий реагент: 0,5%-ный спиртовой раствор дифениламина.

Реагент устойчив длительное время.

Пенополиуретан, ОСТ 6-05-407-75, нарезанный кубиками размером 5 x 5 x 5 мм, промытый бензолом, ацетоном и высушенный на воздухе.

Основной стандартный раствор C₇-C₉-эфиров 2,4ДМ; 2,4Д; 2,4,5-ТП-кислот концентрации 1 мг/мл по каждому компоненту готовят в мерной колбе вместимостью 100 мл растворением навески 0,1000 г в ацетоне. Раствор устойчив в течение длительного времени при хранении в холодильнике.

Стандартные растворы C₇-C₉-эфиров 2,4ДМ; 2,4Д; 2,4,5-ТП-кислот №1-№6 концентрации 0,03; 0,05; 0,10; 0,15; 0,20; 0,30 мг/мл готовят в мерных колбах вместимостью 50 мл путем соответствующего разбавления основного стандартного раствора ацетоном. Растворы устойчивы в течение длительного времени при хранении в холодильнике.

Пластины "Силуфол" производства ЧССР или другие с тонким слоем силикагеля.

2.3. Приборы и посуда.

Аспирационное устройство, ТУ 64-1-1081-73, или аналогичное 11.

Стеклянная гофрированная трубка диаметром 3 и длиной 10 см.

Хроматографическая камера, ГОСТ 25336-82.

Пulьверизатор стеклянный, ГОСТ 25336-82.

Микрошприц МШ-10, ГОСТ 8043-74.

Микрошпатель, ГОСТ 20292-74.

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

Пипетки, ГОСТ 20292-74, различной вместимости.

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

Источник УФ-света.

2.4. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 8-10 л/мин аспирируют через стеклянную гофрированную трубку, заполненную пенополиуретановой крошкой (~0,5 г). Для анализа отбирают 150 л воздуха. Пробы можно хранить в течение трех суток.

2.5. Проведение определения

2.5.1. Подготовка проб к анализу

Трубку с пенополиуретановой крошкой промывают током ацетона. В градуированную пробирку собирают 10-12 мл экстракта и выпаривают в токе воздуха до объема 2 мл.

2.5.2. Условия хроматографирования

На хроматографической пластинке на расстоянии 15 мм от края намечают линию старта. На середину линии старта наносят 0,1 мл раствора пробы. Справа и слева от пятна пробы наносят по 0,1 мл стандартных растворов эфиров №1-№6, что соответствует содержанию каждого эфира в пятне 3,5; 10,0; 15,0; 20,0; 30,0 мкг. Диаметр пятен не должен превышать 10 мм. Пластинку помещают в хроматографическую камеру, в которую за 30 мин до хро-

матографирования налита на высоту не более 0,5 см подвижная фаза (бензол).

После развития хроматограммы на высоту 10 см пластинку вынимают из камеры, подсушивают на воздухе в вытяжном шкафу, облучают УФ-светом в течение 5 мин, обрабатывают из пульверизатора проявляющим реагентом и снова облучают до появления пятен.

C₇-C₉-эфирь 2,4ДМ; 2,4Д; 2,4,5-ТП-кислот проявляются в виде синих пятен на светлом фоне с R_f 0,55; 0,67; 0,80 соответственно. Окраска пятен устойчива.

2.5.3. Обработка результатов анализа

Количественное измерение содержания C₇-C₉ -эфиров 2,4-ДМ-, 2,4-Д-, 2,4,5-ТП-кислот проводят либо с помощью денситометра по отношению интегральных значений содержания вещества в пятнах пробы и стандарта, либо путем измерения с помощью планиметра или прозрачной миллиметровой бумаги площадей одинаковых по интенсивности окраски пятен пробы и стандарта.

Концентрацию C₇-C₉-эфиров 2,4ДМ; 2,4Д; 2,4,5-ТП-кислот в воздухе (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G \cdot S_{np} \cdot V_2}{S_{ct} \cdot V_1 \cdot V_{20}}$$

где:

G - содержание эфиров в пятне стандарта, мкг;

S_{np}, S_{ct} - площади пятен пробы и стандарта соответственно, мм²;

V₁ - анализируемый объем раствора пробы, мл;

V₂ - общий объем раствора пробы, мл;

V₂₀ - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

3. Техника безопасности

Соблюдать все необходимые требования техники безопасности при работе с химическими веществами и легковоспламеняющимися жидкостями, при работе в химических лабораториях, а также правила устройства, техники безопасности, производственной санитарии, противоэпидемического режима и личной гигиены в лабораториях, отделениях, отделах санитарно-эпидемиологического режима и личной гигиены в лабораториях, отделениях, отделах санитарно-эпидемиологических учреждений системы МЗ СССР № 2455-81 от 20.10.81.