

**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

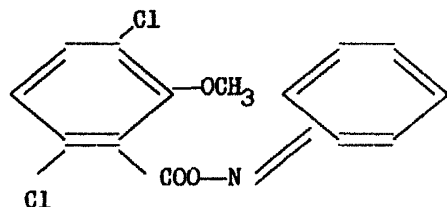
**ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В
ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ**

**Сборник № 21
Часть 2-ая**

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

Утверждено Министерством
здравоохранения СССР
" 29 " июля 1991 г
№ 6117-91

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ОКСИМА ДИКАМБЫ
В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ



Мол.масса 316,17

Оксим дикамбы. Химическое название: циклогексанон-О-(2-метокси-3,6-дихлорбензоил)-оксим. Белое кристаллическое вещество с t плавл. 56-60°C. Растворим в хлороформе, ацетоне, этилацетате, циклогексаноне, бензоле, четыреххлористом углероде. Нерастворим в воде. При температуре более 155°C автоматически разлагается.

ПДК в воздухе рабочей зоны оксима дикамбы не установлена.

1. Характеристика метода

Метод основан на хроматографическом определении оксима дикамбы в тонком слое силикагеля на пластинках "Силуфол" в подвижной фазе бензол: хлороформ (1:2) с последующим обнаружением зон локализации обработкой 0,5%-ным спиртовым раствором дифениламина и экспозицией в УФ-свете.

Отбор проб с концентрированием на бумажный фильтр и силикагель марки КСК.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы 0,5 мкг.

Нижний предел измерения в воздухе 0,01 мг/м³ при отборе 50 л.

Диапазон измерения концентраций в воздухе 0,01-0,30 мг/м³.

Измерению не мешают вещества, сопутствующие в производстве оксима дикамбы, и гербициды других классов.

Разработчики: И. И. Пилленкова, Р. Г. Юркова, ВНИТИГ, г. Уфа

Граница суммарной погрешности измерений не превышает $\pm 15\%$ (определена экспериментально согласно требованиям ГОСТ 12.1.016-79).

Время выполнения измерения, включая отбор проб, 4 часа.

2. Реактивы, растворы и материалы

Оксим дикамбы с содержанием основного вещества не менее 98%.

Ацетон, ГОСТ 2603-79, чда.

Бензол, ГОСТ 5955-75, хч.

Гексан, ТУ 6-09-3375-78.

Хлороформ, ТУ 6-09-1957-78, хч.

Дифениламин, ГОСТ 5825-70, чда.

Серебро азотнокислое, ГОСТ 1277-75, чда.

Соляная кислота, ГОСТ 3118-77, ч.

Спирт этиловый технический ректифицированный, ГОСТ 5962-81.

Стандартный раствор № 1 оксима дикамбы концентрации 10 мг/мл готовят в мерной колбе вместимостью 100 мл растворением навески 1,0000 г в ацетоне. Раствор устойчив в течение месяца при хранении в холодильнике.

Стандартные растворы №2-№8 оксима дикамбы концентрации 0,0025; 0,0050; 0,0100; 0,0250; 0,0500; 0,1000; 0,1500 мг/мл готовят в мерных колбах вместимостью 100 мл разбавлением 0,025; 0,050; 0,100; 0,250; 0,500; 1,000 и 1,500 мл стандартного раствора № 1 смесью гексана и ацетона (3:1). Растворы устойчивы в течение месяца при хранении в холодильнике.

Проявляющий реактив: 0,4 г дифениламина растворяют в 100 мл этилового спирта. Раствор устойчив.

Силикагель марки КСК, ГОСТ 3956-76, зернение 0,25-0,50 мм. Силикагель кипятят с разбавленной (1:1) соляной кислотой в течение 3-4 часов, далее промывают сначала горячей, затем холодной дистиллированной водой до нейтральной реакции промывных вод и удаления следов хлоридов (проба с

нитратом серебра). После этого силикагель нагревают при 200-250°C в течение 3-4 часов. Силикагель можно использовать неоднократно, промывая его ацетоном.

Фильтр бумажный "синяя лента", ТУ 6-09-1678-77, промытый в ацетоне (10 мл).
Пластины "Силуфол" производства ЧССР размером 150х150 мм.

3. Приборы и посуда

Аспирационное устройство, ТУ 1862-77, или аналогичное.

Баня водяная.

Весы лабораторные, аналитические, ГОСТ 24101-80.

Испаритель ротационный ИР-1М, ТУ 25-11-917-76.

Монохроматор КФ-4 или аналогичный источник УФ-света.

Насос вакуумный ВН-461М.

Фильтродержатель ИРА-20оп.

Штативы лабораторные, ТУ 64-1-707-76.

Электроплитка, ТУ 92-275-76.

Камера хроматографическая стеклянная, тип СП-40, ГОСТ 25336-82.

Камера для опрыскивания, ГОСТ 11413-70.

Капилляры стеклянные.

Колбы грушевидные для отгонки растворителя на шлифах, ГОСТ 25336-82Е, вместимостью 100 мл

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

Микрошприц МШ-10 или МШ-10М.

Микропипетки, ГОСТ 20292-74.

Пипетки, ГОСТ 20292-74, различной вместимости с ценой деления 0,01 и 0,1 мл.

Поглотитель для зеренных сорбентов с пористой пластинкой (модель Яворовской).

Пробирки градуированные со шлифом, ГОСТ 1770-74, вместимостью 15 мл.

Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 25336-82.

Стаканы химические, ГОСТ 25336-82, вместимостью 50 мл.

Цилиндры, ГОСТ 1770-74Е, различной вместимости .

4. Проведение измерения.

Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 5 л/мин протягивают через последовательно соединенные фильтродержатель с бумажным фильтром и поглотитель для зеренных сорбентов с 2 г силикагеля. Для анализа отбирают 50 л воздуха. Бумажный фильтр извлекают из фильтродержателя, сворачивают в виде трубочки и помещают в пробирку. Силикагель пересыпают в ту же пробирку. Пробы можно хранить в закрытом состоянии в течение недели.

Условия анализа

Содержимое пробирки заливают 10 мл ацетона и экстрагируют оксим дикамбы ацетоном дважды порциями по 10 мл, интенсивно встряхивая в течение 1-2 мин. Экстракты сливают в грушевидную колбу, концентрируют на ротационном испарителе до объема 0,5-1,0 мл, затем в слабом токе воздуха досуха. Остаток растворяют в 0,2 мл смеси гексан:ацетон (3:1).

На хроматографической пластинке "Силуфол" на расстоянии 15 мм от края намечают линию старта. На середину линии старта количественно наносят раствор пробы. Справа и слева от пятна пробы на расстоянии 15 мм друг от друга наносят по 0,2 мл стандартных растворов №2-№8 в виде отдельных пятен диаметром не более 10 мм. Содержание оксима дикамбы в пятнах соответствует 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 20,0 и 30,0 мкг.

Пластинку помещают в наклонном положении в хроматографическую камеру с подвижной фазой, элюируют на высоту 10 см, вынимают из камеры, подсушивают на воздухе в вытяжном шкафу.

Пластинку обрабатывают из пульверизатора проявляющим реактивом и, не подсушивая, помещают под источник УФ-света на 5-10 мин. Оксим дикамбы проявляется в виде фиолетовых пятен с $R_f = 0,70 \pm 0,02$ на светлом фоне.

Количественное определение проводят либо с помощью денситометра, используя светофильтр с длиной волны 520-550 нм, по отношению интегральных значений содержания вещества в пятнах пробы и стандартного, либо путем измерения с помощью планиметра или прозрачной миллиметровой бумаги площади пятна пробы и соответствующего ему по интенсивности окраски стандартного пятна.

5. Обработка результатов анализа

Концентрацию оксима дикамбы в воздухе (X) в мг/м³ вычисляют по формуле:

$$X = \frac{H \cdot S_{np}}{S_{ct} \cdot V_{20}},$$

где H – содержание оксима дикамбы в стандартном пятне, мкг;

S_{np} – площадь пятна пробы, мм²;

S_{ct} – площадь стандартного пятна, мм²;

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

6. Требования безопасности

Соблюдать все необходимые требования безопасности при работе в химических лабораториях, а также правила устройства, техники безопасности, производственной санитарии, противэпидемического режима и личной гигиены при работе в лабораториях санитарно-эпидемических учреждений системы Минздрава СССР (№ 2455-81, 20.10.81 г.).