

УТВЕРЖДЕНО

МИНИСТЕРСТВОМ

ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

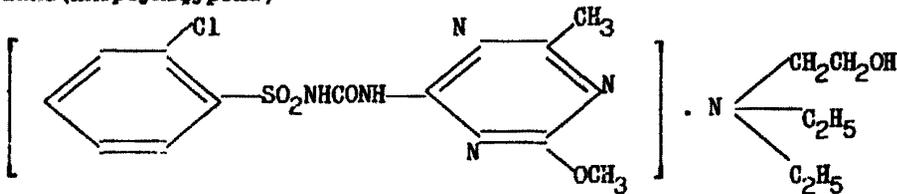
" " 29 июля 1991г.

№ 6071-91

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ
ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ ХАРЕЛИ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Харели - смесь препарата хардин (12,5% по мочеvine) и альпис (11,69% по мочеvine) в соотношения 2:1 (весовые).

Действующее вещество хардина - комплекс диэтилэтаноламина и N-(2-хлор-бензолсульфонил)-N'-(6-метокси-4-метил-1,3,5-триазин-2-ил) мочеvина (хлорсульфурина)



Эмпирическая формула $C_{12}H_{12}ClN_5O_4S \cdot C_6H_5NO$

Синонимы: глин ХСТТ, хлорсульфурина.

Хорошо растворим в воде, в полярных растворителях коагулирует, с неполярными не смешивается, нелетуч, в водных растворах в течение года, при разбавлении водой по свету при pH 5-7 и 20⁰С разлагается.

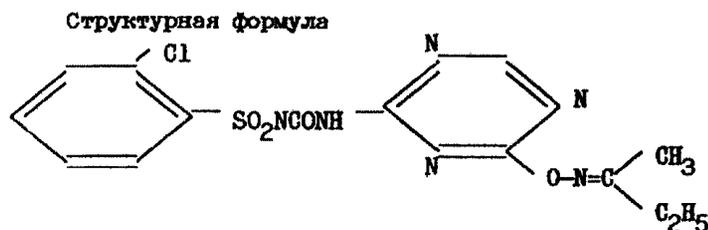
ОБУВ в воздухе - 5 мг/м³.

Хлорсульфурина - белое кристаллическое вещество. Эмпирическая формула $C_{12}H_{12}ClN_5O_4S$, молекулярная масса 357,78, $T_{пл}$ 174-178⁰С. Растворимость в толуоле - 0,3%, в метаноле 1,8%, ацетоне - 7,0%. Препарат выпускается в

Разработчики: Д. Б. Гиренко, Т. А. Кошарновская, Л. Е. Морару, ВНИИГИНТОКС, г. Киев

виде аминных солей (диметиламинная, изопропиламинная, моноэтаноламинная).
Степень чистоты—96–98%.

Действующее вещество эллипса—N-(о-хлорфенилсульфонил)-N'-(—диметил-амино-6-(α-метил)-пропилидениминоокси-1,3,5-триазин-2-ил)мочевина.



Молекулярная масса—441,5

Синонимы: эллипс, хлорсульфоксиметил. Химически чистое соединение—белое кристаллическое вещество, твердое без запаха. $T_{пл} 173^{\circ}C$. Плохо растворим в воде, этиловом спирте, ацетоне, хлороформе, хорошо—в диметилсульфоксиде. Степень чистоты—96,67%.

Препарат "харелли" представляет собой светло-желтую прозрачную жидкость со слабым аммиачным запахом, плотность— $1,14 \text{ г/см}^3$, растворим в воде.

1. Характеристика метода

Определение основано на хроматографировании анализируемого препарата в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зон локализации вещества после обработки раствором бромфенолового синего.

Отбор проб производится с концентрированием.

Предел измерения в воздухе $0,005 \text{ мг/м}^3$ (при отборе 100 л).

Диапазон измеряемых концентраций $0,005\text{--}0,04 \text{ мг/м}^3$.

Определению не мешают наполнители технического препарата.

Граница суммарной погрешности $\pm 20\%$.

2. Реактивы, растворы, материалы

Хардин (хлорсульфурон), кристал. (ВНИИХСЭР) 96–98%

Эллипс (ВНИИХСЗР)96,67%

Ацетон, осч. 9-5, ТУ 6-09-3513-86.

Бензол, хч., ГОСТ 5955-91.

Хлороформ, ч., ГОСТ 5955-81.

Сульфат натрия безводный, ч., ГОСТ 4166-76.

Лимонная кислота, хч., ГОСТ 3652-74, 2% водный раствор.

Нитрат серебра, ГОСТ 1277-81.

Бромфеноловый синий, ТУ 6-09-1058-76.

Пластинки "Силуфол" (Хемапол, ЧССР).

Проявляющий реактив. Раствор А: 100 мг бромфенолового синего растворяют в 10 мл ацетона.

Раствор В: 1 г нитрата серебра растворяют в 40 мл дистиллированной воды и прибавляют 120 мл ацетона.

Растворы А и В сливают в мерную колбу на 200 мл и доводят до метки ацетоном.

Стандартные растворы пестицидов концентрации 100 мкг/мл готовят растворением соответствующей навески препарата в ацетоне (или этиловом спирте) в мерной колбе на 100 мл. Раствор хранить в холодильнике. Годен к употреблению в течение 30 дней.

Пластинку "Силуфол" помещают в хроматографическую камеру, содержащую смесь растворителей ацетон-25% аммиак в соотношении 7:3 (об/об). Глубина погружения пластинки в растворитель составляет 0,5 см. После подъема фронта растворителя до верхнего края пластинки ее вынимают из камеры и выдерживают на воздухе до испарения растворителей. После этого пластинка готова к употреблению. Хранят подготовленные пластинки в эксикаторе.

3. Приборы и посуда

Электроаспиратор для отбора проб воздуха, ТУ 64-1-862-77

Ротационный вакуумный испаритель для отгонки растворителей, ТУ 64-1-8-77

Воронки химические, ГОСТ 25336-82.

Колбы конические, ГОСТ 1770-74, емкостью 100 мл.

Посуда мерная по ГОСТ 1770-74.

Камера хроматографическая, ГОСТ 25336-82.

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 25336-82.

Фильтродержатель.

Штатив ТУ-64-1-707-71.

4. Условия отбора проб воздуха

Исследуемый воздух аспирируют со скоростью 5 л/мин в течение 20 мин через фильтродержатель с бумажным фильтром "синяя лента".

Рекомендуется отобрать 3 параллельные пробы. Пробы хранят в холодильнике не более 2 суток.

5. Условия анализа

После аспирации фильтр переносят в коническую колбу, приливают 20 мл хлороформа, встряхивают 15 мин. Экстракцию повторяют дважды.

Сушат хлороформный экстракт безводным сульфатом натрия, переносят в колбу для концентрирования и отгоняют растворитель до объема 0,2-0,3 мл.

Досуша удаляют растворитель на воздухе.

Далее проводят определение методом ТСХ.

Сконцентрированную пробу количественно наносят при помощи капиллярной пипетки на хроматографическую пластинку так, чтобы диаметр пятна не превышал 1 см. Центр пятна должен быть на расстоянии 2 см от нижнего края пластинки. Рядом с пробой наносят по 0,2 мл каждого раствора пестицида, что соответствует содержанию в пятне 0,5; 1,0; 2,0; 4,0 мкг каждого препарата (раствора хардина и эллипса одинаковой концентрации в одну точку).

Пластинку с нанесенными растворами помещают в хроматографическую камеру, в которую за 30 мин до хроматографирования залита смесь бензол:ацетон 4:1. После поднятия фронта подвижного растворителя на 10 см

пластинку вынимают и оставляют на несколько минут на воздухе для испарения подвижного растворителя. После этого пластинку обрабатывают из пульверизатора раствором бромфенолового синего, а затем обесцвечивают 2% раствором лимонной кислоты. О наличии хардина в пробе свидетельствует проявление на хроматограмме синего пятна хардина и эллипса (в зависимости от содержания хардина в пробе). Величина $R_f=0,33$ для хардина, $R_f=0,43$ для эллипса. Линейный диапазон измерения 0,5-4 мкг.

Количественная оценка хардина, эллипса, являющийся действующими веществами хардели, проводится путем сравнения площадей и интенсивности окраски пятен пробы и рабочих растворов пестицидов. Концентрацию каждого пестицида в анализируемом воздухе рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{\varphi \cdot}{V_{20}}, \text{ где}$$

X-концентрация хардина, эллипса в исследуемой пробе, мг/м³;

φ -количество хардина, эллипса, найденное в хроматографируемом объеме, мкг.

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

6. Требования безопасности

Выполняются в соответствии с "Правилами устройства, техники безопасности, производственной санитарии, противоэпидемического режима и личной гигиены при работе в лабораториях (отделениях, отделах) санитарно-учреждений системы МЗ СССР №2255-81 от 20.10.81.