

**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.**

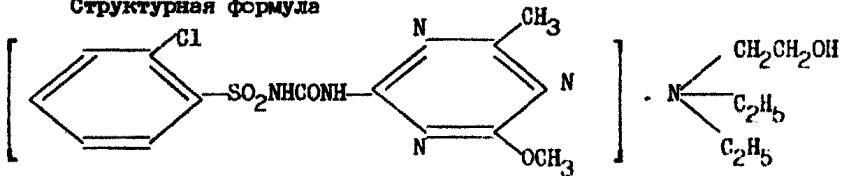
УТВЕРЖДЕНО  
МИНИСТЕРСТВОМ  
ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР  
" " 29 июля 1991г.  
№ 6081-91

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ  
КОНЦЕНТРАЦИИ ЭКСПРОМТА В ВОЗДУХЕ МЕТОДОМ ХРОМАТОГРАФИИ

Экспромт - смесь препаратов хардин (12,5% по мочевине) и грамекс (12,5% по мочевине) в соотношении 3:1 (весовые).

Действующее вещество хардина - комплекс диэтилэтаноламина и N-(2-хлор-бензол-сульфонил)-N'-(6-метокси-4-метил-1,3,5-триазин-2-ил)мочевины (хлорсульфурана).

Структурная формула



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

Молекулярная масса 474,5.

Синонимы: глин ХСТТ, хлорсульфурон.

Хардин-препарат, представляющий собой раствор действующего вещества в смеси вода-триэтиленгликоль (1:1, вес %) с добавкой 0,4% ОП-10. Содержание комплекса в растворе  $16,5 \pm 0,5\%$  (вес.). Плотность препарата при  $20^{\circ}\text{C}$  -  $1115-1125 \text{ кг}/\text{м}^3$ . Температура кипения  $-100^{\circ}\text{C}$ , хорошо растворим в воде, в полярных растворителях коагулирует, с неполярными не смешивается, нелетуч, в водных растворах устойчив в течение года, при разбавлении водой на свету при pH 5-7 и  $20^{\circ}\text{C}$  разлагается.

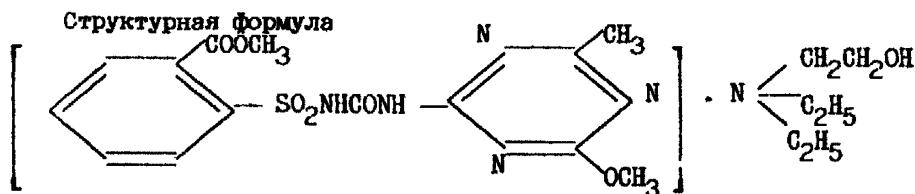
---

Разработчики: Д.Б.Гиренко, Т.А.Кошарновская, ВНИИГИМОКС, г. Киев

Хлорсульфурон—белое кристаллическое вещество. Эмпирическая формула  $C_{12}H_{12}ClN_5O_4S$ . Молекулярная масса 357,78, температура плавления  $174\text{--}178^{\circ}\text{C}$ .

Растворимость в толуоле  $0,3\%$ , метаноле  $1,8\%$ , ацетоне  $7,0\%$ . Препарат выпускается в виде аминных солей (диметиламинная, изопропиламинная, моноэтаноламинная).

Степень чистоты  $96\text{--}98\%$ . Действующее вещество препарата грамекс-комплекс диэтаноламина и  $N$ - $O$ (метил-карбокси-сульфонил)- $N'$ -(4-метил-6-метокси-1,3,5-триазин-2-ил)мочевины.



Эмпирическая формула  $C_{14}H_{18}O_6N_5S \cdot C_6H_{15}NO$

Молекулярная масса 498,92

Химически чистый грамекс-кристаллическое вещество слабо-желтого цвета, без запаха, температура плавления  $162\text{--}164^{\circ}\text{C}$ .

Эмпирическая формула  $C_{14}H_{18}O_6N_5S$ .

Молекулярная масса 381,36.

Препарат хорошо растворим в ацетоне. Степень чистоты  $99,1\%$ .

Препарат экспримент представляет собой светло-желтую, прозрачную жидкость со слабым аминным запахом, плотность  $1,116 \text{ г}/\text{см}^3$ , 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 и 2%ным раствором лимонной кислоты.

Отбор проб производится с концентрированием.

Предел измерения в анализируемом объеме 1мкг (ТСХ).

Предел измерения в воздухе 0,01мг/см<sup>3</sup> (при отборе 100 л).

Диапазон измеряемых концентраций 0,01–0,1мг/м<sup>3</sup>.

Определению не мешают наполнители технического препарата.

Граница суммарной погрешности не превышает  $\pm 20\%$ .

## 2. Реактивы, растворы, материалы

Ацетон, ос. ч. 9-5, ТУ 6-09-3513-86.

Бензол, хч., ГОСТ 5955-81.

Хлороформ, ч., ГОСТ 5955-81.

Сульфат натрия безводный, ГОСТ 4166-76.

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

Нитрат серебра, ГОСТ 1277-81.

Бромфеноловый синий, ТУ 6-09-1058-76.

Пластинки "Силуфол" (Хемапол, ЧССР).

Проявляющий реагент. Раствор А: 100 мкг бромфенолового синего растворяют в 10 мл ацетона. Раствор Б: 1 г нитрата серебра растворяют в 40 мл воды и прибавляют 120 мл ацетона. Растворы А и Б сливают в мерную колбу на 200 мл и доводят до метки ацетоном.

Основной стандартный раствор экспромта, содержащий 100 мкг/мл, готовят растворением 10 мг препарата в мерной колбе на 100 мл в этиловом спирте. Растворы хранят в холодильнике не более 1-го месяца.

## 3. Приборы и посуда

Электроаспиратор для отбора проб воздуха, ТУ-64-1-868-77.

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

Воронки химические, ГОСТ 25336-82.

Колбы конические, ГОСТ 25336-82, 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 0,2-0,3мл. Досуха удаляют растворитель на воздухе.

Далее проводят определение методом ТСХ.

##### 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. Справа и слева наносят стандартные растворы пестицида, содержащие 1,2,5,10 мкг препарата.

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.

Препарат проявляется в виде пятна синего цвета на желтом фоне.

Линейный диапазон измерения 1-10 мкг.

Величина  $R_1$  - 0,33.

Количество препарата в пробе определяют сравнением интенсивности окраски и площади пятен пробы и стандартного раствора.

Если содержание препарата в пробе превышает верхнюю границу диапазона (10 мкг), то для нанесения на пластинку необходимо брать аликовтную часть (0,1-0,2 мл) параллельной пробы.

Концентрацию экспромта в воздухе ( $X$ ) в  $\text{мг}/\text{м}^3$  вычисляют по формуле:

$$X = \frac{J}{V_{20}}, \quad \text{где}$$

$J$  - количество препарата, 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, противовспидемического режима и личной гигиены при работе в лабораториях (отделениях, отделах) санэпидучреждений системы МЗ СССР" № 2255-81 от 20.10.81.