

**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.

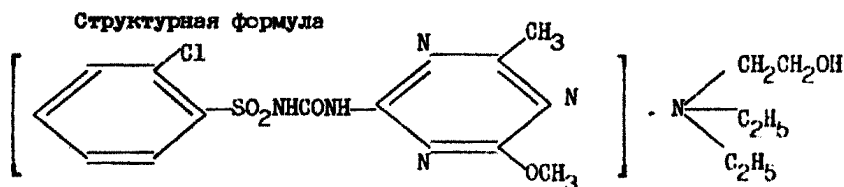
№ 6081-91

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ

КОНЦЕНТРАЦИЙ ЭКСПРОМТА В ВОЗДУХЕ МЕТОДОМ ХРОМАТОГРАФИИ

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

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



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

Молекулярная масса 474,5.

Синонимы: глин ХСТТ, хлорсульфурон.

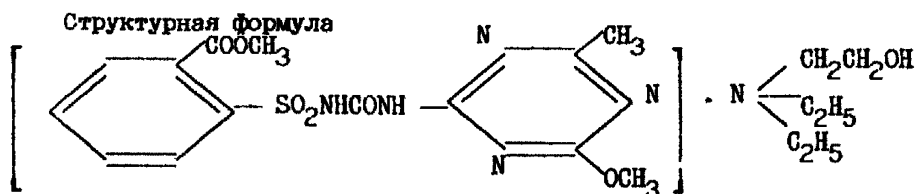
Хардин-препарат, представляющий собой раствор действующего вещества в смеси вода-триэтиленгликоль (1:1, вес %) с добавкой 0,4% ОП-10. Содержание комплекса в растворе $16,5 \pm 0,5\%$ (вес). Плотность препарата при 20°C - $1115-1125 \text{ кг/м}^3$. Температура кипения -100°C , хорошо растворим в воде, 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°C разлагается.

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

Хлорсульфурон—белое кристаллическое вещество. Эмпирическая формула $C_{12}H_{12}ClN_5O_4S$. Молекулярная масса 357,78, температура плавления 174–178°C.

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

Степень чистоты —96–98%. Действующее вещество препарата грамекс-комплекс диэтианоламина 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 162–164°C.

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

Молекулярная масса 381,36.

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

Препарат экспромт представляет собой светло-желтую, прозрачную жидкость со слабым аминным запахом, плотность 1,116 г/см³, 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/см³ (при отборе 100 л).

Диапазон измеряемых концентраций 0,01-0,1мг/м³

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.

Пластины "Силуфол" (Хеманол, ЧССР).

Проявляющий реактив. Раствор А: 100 мкг бромфенолового синего растворяют в 10 мл ацетона. Раствор В: 1 г нитрата серебра растворяют в 40 мл воды и прибавляют 120 мл ацетона. Растворы А и В 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 0,2-0,3 мл. 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_T - 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 аликвотную часть (0,1-0,2 мл) параллельной пробы.

Концентрацию экспромта в воздухе (X) в мг/м^3 вычисляют по формуле:

$$X = \frac{J}{V_{20}}, \text{ где}$$

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, противэпидемического режима и личной гигиены при работе в лабораториях (отделениях, отделах) санитарно-эпидемиологической системы МЗ СССР" № 2255-81 от 20.10.81.