

**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.**

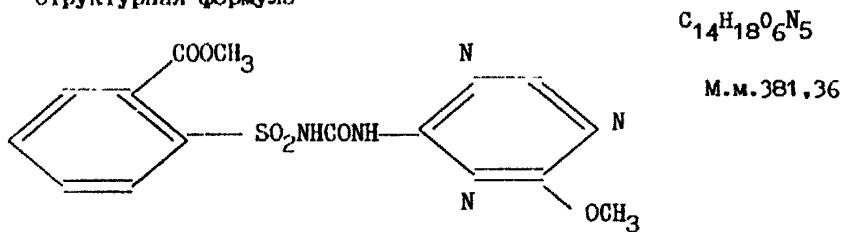
Утверждено Министерством  
здравоохранения СССР

" 29 " июля 1991г.  
№ 6082-91

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

Действующее вещество -N-(0-метил-карбоксисульфонил)-N- (4-метил-6-  
мокси-1,3,5-триазин-2-ил) мочевина.

Структурная формула



Синонимы: грамекс, грамекс-мочевина. Химически чистое соединение – кристаллическое вещество слабожелтого цвета без запаха. Температура плавления 162-164°С. Препарат хорошо растворим в ацетоне. Степень чистоты 99,1%.

1 Характеристика метода

1. Определение основано на хроматографировании анализируемого препарата в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зон локализации вещества после обработки раствором бромфенолового синего и 2% раствором лимонной кислоты.

2. Отбор проб производится с концентрированием.

3. Предел измерения в анализируемом объеме – 5 мкг (ТСХ)

4. Предел измерения в воздухе 1 мг/м<sup>3</sup> (при отборе 100 л).

5. Диапазон измеряемых концентраций 1-10 мг/м<sup>3</sup>.

6. Определению не мешают наполнители технического препарата.

7. Граница суммарной погрешности, ТСХ  $\pm 20\%$ .

---

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

## II. Реактивы, растворы, материалы

Ацетон, осн. 9-5, ТУ 6-09-3513-86.

Бензол, хч., ГОСТ 5955-81.

Хлороформ, ч., ГОСТ 20015-74.

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 реагент. Раствор А: 100 мг 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 грамекса, содержащий 100 мг/мл, готовят растворением 10 мг препарата в мерной колбе на 100 мл в ацетоне.

Растворы хранят в холодильнике не более 1-го месяца.

## III. Приборы и посуда

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

Ротационный вакуумный испаритель для отгонки растворителей ИР-1М, ТУ 25-11-917-76.

Воронки химические, ГОСТ 25336-82.

Колбы конические, ГОСТ 25336-82, емкостью 100 мл.

Посуда мерная, ГОСТ 1770-74.

Камера хроматографическая, ГОСТ 25336-82.

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 25336-82.

Фильтродержатель.

Штатив, ТУ 64-1-707-71.

#### IV.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 ходильнике не более 2 суток.

#### V.Условия анализа

После аспирации фильтр переносят в коническую колбу, приливают 20 мл хлороформа, встрахивают 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 пластиинки. Справа и слева от пробы наносят стандартные растворы постинцида, 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, пластиинку вынимают и оставляют на несколько минут на воздухе для испарения подвижного растворителя. После этого пластиинку обрабатывают из пульверизатора раствором бромфенолового синего, а затем обесцвечивают 2%-ным раствором лимонной кислоты.

Препарат проявляется в виде пятна синего цвета на желтом фоне. Величина  $R_f=0,25$ .

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 аликовотную часть пробы (0,1-0,2 мл) параллельной пробы.

Концентрацию грамекса в воздухе (Х) в мг/м<sup>3</sup> вычисляют по формуле:

$$X = \frac{Y}{V_{20}}, \text{ где:}$$

Y - количество препарата, найденное в хроматографируемом объеме в мкг,  
V<sub>20</sub> - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к нормальным  
условиям, л.

#### VI Требования безопасности

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