

**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.**

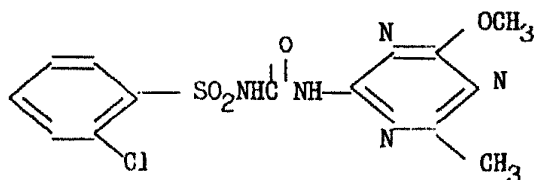
Утверждено
МИНИСТЕРСТВОМ
ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

6134-91

" 29 " июля 1991 года

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ ГЛИНА
В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Глин (2-хлор- N[4 метокси-6-метокси 1,3,5-триазан -2-ил) аминокарбо-
нил)- бензолсульфонамид)



$C_{12}H_{12}ClN_5O_4S$

М.м. 357,5

относится к новой группе производных сульфонилмочевины. Белое кристаллическое вещество Т пл. $-174-178^{\circ}C$, обладает малой летучестью, давление паров при температуре $25^{\circ}C$ $4,6 \cdot 10^{-6}$ мм рт.ст.

Растворим в диметилформамиде, хлороформе. Малотоксичен для теплокровных животных. При применении находится в воздухе в виде аэрозоля.

1. Характеристика метода

Определение основано на хроматографировании глина в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зон локализации препарата путем обработки смесью растворов бромфенолового синего и азотнокислого серебра, а затем раствором лимонной кислоты.

Отбор проб проводится с концентрированием (бумажный фильтр "Синяя лента", стеклянная гофрированная трубка, заполненная пенополиуретановой крошкой, аэрозольные фильтры).

Нижний предел измерения 0,5 мкг в пробе.

Нижний предел измерения в воздухе 0,005 мг/м³.

Диапазон измерения концентраций 0,005-10,0 мг/м³.

Определению не мешают другие пестициды.

Граница суммарной погрешности измерения $\pm 10\%$.

Время выполнения измерения, включая отбор проб - 4 часа.

Реактивы, растворы, материалы

Глин

Хлороформ х.ч. ГОСТ 20015-74.

Гексан ч. ТУ 6-09-3375-78.

Ацетон х.ч. ГОСТ 2603-79.

Серебро азотнокислое ч.д.а. ГОСТ 1277-75.

Бромфеноловый синий ч.д.а. ТУ 6-09-1058-76.

Кислота лимонная ч. ГОСТ 2652-69, 4%-ный раствор.

Фильтры АФА-ХА-20.

Пенополиуретан эластичный, бытовой, ОСТ 6-05-407-75. Измельчают на кусочки 2-5 мм, очищают ацетоном 12 час., затем 24-36 часов хлороформом, высушивают. Хранят в закрытой посуде.

Фильтры бумажные безводные "Синяя лента" ТУ 6-09-1678-77.

Подвижная фаза: гексан: хлороформ: ацетон=2:2:1.

Проявляющий реактив: смесь равных объемов бромфенолового синего (0,4% водного раствора) и азотнокислого серебра (2% водного раствора).

Реактив готовится перед употреблением. Стандартные растворы глина в хлороформе с концентрацией 100 мкг/мл и 10 мкг/мл.

Растворы хранить не более двух суток.

Приборы и посуда

Аспирационное устройство.

Стеклянные гофрированные трубки длиной 10 см.

Ротационный испаритель ИР-1М, ТУ 25-11-917-76.

Колба грушевидная для отгонки растворителя, ГОСТ 25336-82.

Колбы мерные, цилиндры ГОСТ 1770-74.

Пипетки ГОСТ 20292-74.

Камера хроматографическая стеклянная ГОСТ 25336-82.

Пульверизатор стеклянный ГОСТ 25336-82.

Микрошприц емкостью 10 мкл.

Пластинки для тонкослойной хроматографии "Силуфол" размером 150x150 мм, производство ЧССР.

Фильтродержатели.

Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 5 л/мин аспирируют через поглотитель (стеклянную гофрированную трубку, заполненную пенополиуретановой крошкой, аэрозольные фильтры, бумажные фильтры). Для измерения 1/2 ПДК следует отбирать 50,0 л воздуха.

Срок хранения проб - месяц при хранении в холодильнике.

Проведение измерения

Глян из поглотителей экстрагируют трижды по 10-15 мл хлороформом, выдерживая по 3-5 мин. Экстракты сливают в колбу для отгонки растворителя, отгоняют до объема 0,2-0,3 мл. Подготовленные пробы количественно наносят при помощи капиллярной пипетки на хроматографическую пластинку, диаметр пятна не должен превышать 1 см. Центр пятна располагают на расстоянии 1,5 см от нижнего края пластины. Справа и слева от пробы наносят стандартные растворы пестицида, содержащие 0,5; 1; 5 мкг препарата. Пластинку с нанесенными растворами помещают в хроматографическую камеру, в которую за 30 мин до хроматографирования наливают 20 мл смеси гексан: хлороформ: ацетон=2:2:1. После поднятия фронта подвижного растворителя на высоту 10 см, пластину вынимают из камеры и высушивают на воздухе. С помощью пульверизатора пластину обрабатывают проявляющим реактивом - смесью растворов бромфенолового синего и

азотнокислого серебра, а затем раствором лимонной кислоты для обесцвечивания фона. Глин проявляется в виде сине-фиолетовых пятен на желтом фоне с R_T 0.69. Окраска пятен устойчива в течение нескольких часов.

Количественное определение проводят путем визуального сравнения интенсивности окраски и измерением размера площади пятна пробы и стандартной шкалы.

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

$$X = \frac{m \cdot S_{\text{пр}}}{S_{\text{ст}} \cdot V_{20}}, \text{ где}$$

m - количество глины в стандарте, мкг ;

$S_{\text{пр}} S_{\text{ст}}$ - площади пятен пробы, стандарта соответственно, мм^2

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