

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

Всероссийский научно-исследовательский институт
гигиены и токсикологии пестицидов, полимеров
и пластических масс

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЕСТИЦИДОВ В ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ
СРЕДЫ И В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ

СБОРНИК МЕТОДИЧЕСКИХ УКАЗАНИЙ И РЕКОМЕНДАЦИЙ

К И Е В - 1 9 9 0 г.

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР

А.И.ЗАИЧЕНКО

"21" 06. 1987 г.

№4334-87

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ТМД И ПРОДУКТА
ЕГО ПРЕВРАЩЕНИЯ ТМТМ В ВОДЕ, ЗЕРНОВЫХ КУЛЬТУРАХ И
РАСТИТЕЛЬНОМ МАТЕРИАЛЕ МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

1. Краткая характеристика препаратов приведена в таблице I.
2. Методика определения ТМД и продуктов его превращения
в различных средах животного и растительного происхождения

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Метод основан на хроматографировании исследуемых соединений в слое сорбента (силикагель, пластинки силуфол) после извлечения их органическим растворителем из анализируемой пробы .

2.1.2. Метрологическая характеристика метода

Динамический диапазон определяемых концентраций 0,01-0,5 мг/кг. Чувствительность метода (ТМД): вода - 0,01 мг/л, доверительный интервал среднего 81,3 \pm 7,1%; зерновое, растения - 0,1-0,5 мг/кг; доверительный интервал среднего 74,8 \pm 7,9%.

Таблица I.

Физико-химические свойства дитиокарбаматов

№ : Препарат пп:	: Структурная формула	: Мол. : T _{пл} ^{°C} : масса:	: Раство- : римость
1. ТМТД (тетра- метилурамди- сульфид)	$(\text{CH}_3)_2\text{NC} \begin{array}{c} \parallel \\ \text{S} \end{array} \text{S} \begin{array}{c} \parallel \\ \text{S} \end{array} \text{CN}(\text{CH}_3)_2$	240,4 146- 148	хлороформ, ацетон, н.р. в воде
2. ТМТН (тетра- метилтиомоче- вина)	$(\text{CH}_3)_2\text{NC} \text{S} \text{S} \text{NI}(\text{OH}_3)_2$	130,4 -	хлороформ н.р. в вод

2.1.3. Избирательность метода

Определению не мешают хлор- и фосфорорганические пестициды, могут мешать азотсодержащие соединения.

2.2. Реактивы, растворы

Хлороформ хч., ТУ 6-09-788-76

Ацетон, ч., ГОСТ 2603-79

Гидроокись натрия, чда, 0,5% водный раствор

Сульфат натрия безводный, чда., ГОСТ 4166-76

Бензол, хч., ГОСТ 5956-75

Серная кислота, хч., ГОСТ 4204-77, 10% раствор

Нитрат висмута основной, чда., ГОСТ 4110-75

Иодид калия, хч., ГОСТ 4232-74

Сульфат меди, ч., ГОСТ 4165-78

Уксусная кислота ледяная, хч., ГОСТ 18290-72

Пластинки "силуфол" (ЧССР)

Стандартный раствор препарата (готовят отдельно каждый раствор)

10 мг вещества растворяют в 100 мл хлороформа. Хранят в холодиль-
нике. Срок хранения до 6 мес.

Проявляющие реактивы: №1 – реактив Драгендорфа. Основной раствор:

А) – 3,85 г основного нитрата висмута растворяют в 55 мл дистиллированной воды и прибавляют 25 мл ледяной уксусной кислоты;

Б) – 8 г иодида калия растворяют в 20 мл дистиллированной воды.

Растворы А и Б сливают вместе. Срок хранения в темном месте до 6 месяцев.

Рабочий раствор (для обработки пластинок) – К 7 мл основного раствора прибавляют 50 мл дистиллированной воды и 10 мл ледяной уксусной кислоты. Срок хранения в темном месте до 10 дней.

Проявляющий реактив №2 – 1% водный раствор сульфата меди.

2.3. Приборы, посуда

Посуда мерная по ГОСТ 1770-74

Колбы конические емкостью 100 мл, ГОСТ 10384-72

Колбы грушевидные для отгонки растворителей, ГОСТ 23932-79

Воронки делительные емкостью 250 мл, ГОСТ 25336-82

Воронки химические, ГОСТ 8613-75

Испаритель ротационный для отгонки растворителей ИР-ИМ, ТУ 25-ИИ-917-79

Камера хроматографическая, ГОСТ 23932-79

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 10391-79

2.4. Подготовка проб к анализу

Отбор проб производится в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб", утвержденными Зам. Главного Государственного санитарного врача СССР №2051-79.

Отобранные пробы хранят в холодильнике. Срок хранения 5-7 дней после отбора

2.5. Проведение определения

2.5.1. Экстракция

Вода. К 200 мл воды прибавляют 30 мл хлороформа, встряхивают 15 минут в делительной воронке. Экстракцию повторяют дважды. Объединяют хлороформные экстракты, сушат безводным сульфатом натрия, концентрируют до объема 0,2-0,3 мл и остаток количественно наносят на хроматографическую пластинку.

Зерновые, растительные культуры. К 25 г пробы прибавляют 2 мл серной кислоты (1:1), перемешивают. Пробу заливают 30-40 мл смеси хлороформ-ацетон (2:1), встряхивают 30 минут. Отделяют раствор, экстракцию повторяют дважды. Объединяют экстракт фильтрат, сушат безводным сульфатом натрия, концентрируют до объема 0,2-0,3 мл.

При анализе проб с величиной pH клеточного сока ниже 4 (томаты, вишня и др.) пробу без прибавления серной кислоты экстрагируют смесью хлороформ-ацетон (2:1). Далее поступают так, как описано выше.

2.2.2. Определение методом ТСХ

Пробу, сконцентрированную до объема 0,2-0,3 мл количественно наносят на пластинку "силуфол", смывая остаток в колбе смесью хлороформ-ацетон (2:1). Рядом наносят 2-10 мкг стандартного раствора препаратов. Пластинку хроматографируют в системе бензол-ацетон (49:0,5). После того, как фронт растворителя поднимется на 10 см, пластинку вынимают, высушивают на воздухе. Для обнаружения препаратов пластинку обрабатывают проявляющими реактивами либо №1 либо №2.

При обработке реактивом №1 (реактив Драгендорфа) препараты обнаруживаются: ТМД - пятно синего цвета, ТММ - пятно оранжевого цвета на светло-коричневом фоне. Окраска устойчива в течение 15-20 минут.

При обработке реактивом №2 (раствор сульфата меди) препараты обнаруживаются: ТМТД - пятно ярко-зеленого цвета; ТМТМ - пятно красно-черного цвета (окраска быстро исчезает).

Величина R_f составляет: ТМТД-0,7, ТМТМ - 0,3

2.6. Количественное определение

Содержание препарата в пробе вычисляют по формуле:

$$X = \frac{A}{P} \quad , \text{ где}$$

X - содержание препарата в пробе, мг/кг (мг/л);

A - количество препарата, найденное путем сравнения размера и интенсивности пятен пробы и стандартного раствора, мкг;

P - навеска анализируемой пробы, г (мл)

2.7. Требования безопасности

Выполняются в соответствии с "Правилами устройства, техники безопасности, производственной санитарии, противозидемического режима и личной гигиены при работе в лабораториях (отделениях, отделах) санэпидучреждений системы МЗ СССР №2255-81 от 20.II.81.

3. Разработчики

Клисенко М.А., Тивоненко В.А., Гиренко Д.Б., Морару Л.Г.
(ВНИИМНТОКС, Киев).

10.04.90г. УПК УСХА Зол. 360-380