

**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**

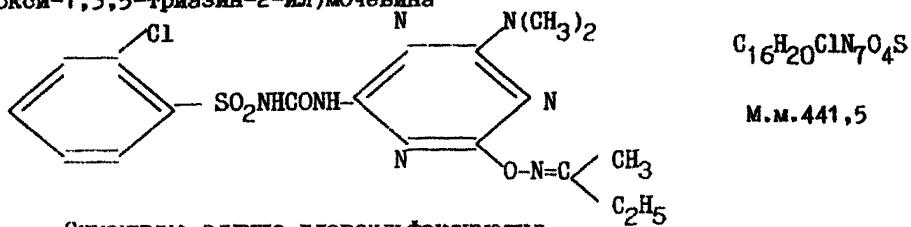
**Сборник № 21
Часть 2-ая**

**МОСКВА
ЦЕНТР НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ИНФОРМАЦИИ,
ПРОПАГАНДЫ И РЕКЛАМЫ
1994 г.**

Утверждено Министерством
здравоохранения СССР
" 29 " июля 1991 г
№ 6083-91

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

Препарат эллипс (хлорсульфоксиметил) – действующее начало –
N-(0-хлорфенилсульфонил-N'-(1-диметиламино-6-(α-метил)пропиляденимино-
окси-1,3,5-триазин-2-ил)мочевина



Синонимы: эллипс, хлорсульфоксиметил.

Химически чистое соединение – белое кристаллическое вещество без
запаха. Т пл. 173°С.

Ограничению растворим в этиловом спирте, ацетоне, хлороформе, хорошо
растворим в диметилсульфоксида. Плохо растворим в воде.

Степень чистоты – 96,67%.

Препарат "эллипс" – светло-желтая прозрачная жидкость со слабым
аминным запахом, плотность – 1,103 г/см³. Растворим в воде.

ДОК, ПДК, МДУ эллипса в настоящее время не установлены.

Характеристика метода

Определение основано на хроматографировании анализируемого препара-
та в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зон локализации
вещества после обработки раствором броменолового синего с нитратом
серебра.

Отбор проб производится с концентрированием на бумажный фильтр
"синяя лента".

Предел измерения в анализируемом объеме 1 мкг.

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

Предел измерения в воздухе 0,01 мг/м³(при отборе 100 л воздуха).
диапазон измеряемых концентраций 0,01-0,1 мг/м³.

Определению не мешают наполнители технического препарата.

Граница суммарной погрешности $\pm 20\%$.

Реактивы, растворы, материалы

Ацетон, оч. 9-5, ТУ 6-09-3513-86.

Бензол, хч., ГОСТ 5955-81.

Хлороформ, хч., ТУ 6-09-4263-76.

Сульфат натрия безводный, ГОСТ 4166-76.

Нитрат серебра, ГОСТ 1277-81.

Бромфеноловый синий, ТУ 6-09-1058-76.

Пластинки "Силуфол" (Хемапол, ЧССР).

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

Бумажный фильтр "синяя лента", ТУ 6-09-1678-77.

Подвижная фаза бензол-ацетон 4:1 или гексан-ацетон 1:1.

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 волнистца, содержащий 100 мкг/мл, готовят растворением 10 мг препарата в мерной колбе на 100 мл в хлороформе.

Все растворы хранят в холодильнике не более 1 месяца.

Приборы и посуда

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

Ротационный вакуумный испаритель для отгонки растворителей,
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.

Подготовка к анализу

Пластинку "Силуфол" помещают в хроматографическую камеру, содержащую смесь растворителей ацетон-25%ный аммиак в соотношении 7:3(об/об).

Глубина погружения пластинки в растворитель составляет 0,5 см.

После подъема фронта растворителя до верхнего края пластинки ее вынимают из камеры и выдерживают на воздухе до испарения растворителей.

После этого пластинка готова к употреблению. Хранят подготовленные пластинки в экскаторе.

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.

Условия анализа

После аспирации фильтр переносят в коническую колбу, приливают 20 мл хлорхформа, встряхивают 15 мин. Экстракцию повторяют дважды. Сушат хлороформный экстракт безводным сульфитом 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. Рядом с пробой наносят стандартные растворы, содержащие 1,2,5,10 мкг препарата.

Пластиинку 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 цульверизатора раствором бромфенолового синего, а затем обесцвечивают 2%-ным раствором лимонной кислоты.

Препарат проявляется в виде пятна синего цвета на желтом фоне.

Величина $R_f = 0,43$ (бензол-ацетон 4:1), $R_f = 0,63$ (гексан-ацетон 1:1).

Линейный диапазон измерения 1-10 мкг.

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 пластиинку необходимо брать аликовотную часть элюата (0,1-0,2) параллельной пробе.

Концентрацию аллипса в воздухе (X) в $\text{мг}/\text{м}^3$ 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.

Требования безопасности

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