

**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**

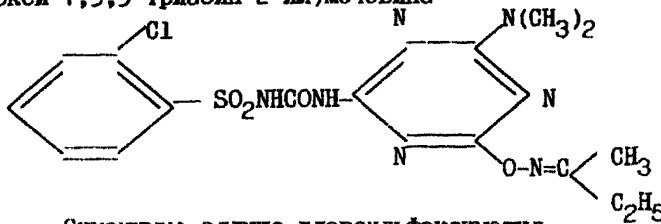
**Сборник № 21
Часть 2-ая**

**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 КОНЦЕНТРАЦИЙ ЭЛЛИПСА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ**

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



$C_{16}H_{20}ClN_7O_4S$

М.м.441,5

Синонимы: эллипс, хлорсульфоксиметил.

Химически чистое соединение - белое кристаллическое вещество без
запаха. Т пл. 173°C.

Ограниченно растворим в этиловом спирте, ацетоне, хлороформе, хорошо
растворим в диметилсульфоксиде. 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 бромфенолового синего с нитратом
серебра.

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

Предел измерения в анализируемом объеме 1 мкг.

Разработчики: Д. В. Гиренко, Л. Е. Морару, Т. А. Кошарновская, ВНИИГИНТОКС, 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, осч. 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 реактив: 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 эллипса, 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 эксикаторе.

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 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 шпигетки на хроматографическую пластинку так, чтобы диаметр пятна не

превышал 1 см. Центр пятна должен быть на расстоянии 2 см от нижнего края пластинки. Рядом с пробой наносят стандартные растворы, 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%-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 пластинку необходимо брать аликвотную часть взвешанной (0,1-0,2) параллельной пробы.

Концентрацию аэрозоля в воздухе (X) в мг/м³ 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) санэпидучреждений системы МЗ СССР" № 2255-81 от 20.10.81 г.