

**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.**

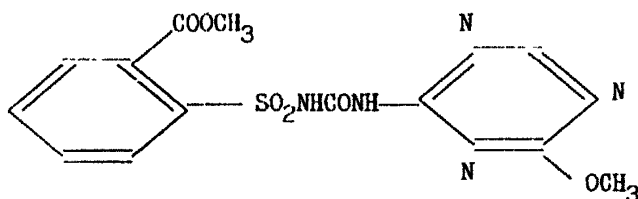
Утверждено Министерством
здравоохранения СССР

" 29 " июля 1991г.
№ 6082-91

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

Действующее вещество -N-(0-метил-карбокисульфонил)-N'-(4-метил-6-
мотокси-1,3,5-триазин -2-ил) мочевины.

Структурная формула



$C_{14}H_{18}O_6N_5$

М.м.381,36

Синонимы: грамекс, грамекс-мочевина. Химически чистое соединение - кристаллическое вещество слабояркожелтого цвета без запаха. Температура плавления 162-164°C. 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/м³ (при отборе 100 л).

5. Диапазон измеряемых концентраций 1-10 мг/м³.

6. Определению не мешают наполнители технического препарата.

7. Граница суммарной погрешности, ТСХ ±20 %.

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

II. Реактивы, растворы, материалы

Ацетон, осч. 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 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 грамакса, содержащий 100 мкг/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, емкость 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 холодильнике не более 2 суток.

V. 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. Досуша 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 пластинки. Справа и слева от пробы наносят стандартные растворы пестицида, 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 $R_f=0,25$.

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

Концентрацию грамекса в воздухе (X) в мг/м³ вычисляют по формуле:

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

Y - количество препарата, найденное в хроматографируемом объеме в мкг,
V₂₀ - 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.