МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

Всесоюзный 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.

gost.e-ecolog.ru

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР
А.И.ЗАИЧЕНКО
"2I" 06. I967 г.
№4334-87

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

I. Краткая характеристика препаратов приведена в таблице I.

2. Методика определения ТМТД и продуктов его превращения в различных средах животного и растительного происхождения

2.I. Основные положения

2.I.I. Принцип метода

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

2.I.2. Метрологическая характеристика метода

Диапазон определяемых концентраций 0,0I-0,5 мг/кг. Чувствительность метода (ТМТД): вода - 0,0I мг/л, доверительный интервал среднего 8I,3±7,I%; зерновые, растения - 0,I-0,5 мг/кг; доверительный интервал среднего 74,8±7,9%.

Таблица I.

Физико-химические свойства дитиокарбаматов

| № пп: | Препарат | Структурная формула | Мол. масса: | $T_{пл}$ °С | Растворимость |
|---|---|---|---|---|---|
| I. | ТМТД(тетраметилтиурамдисульфид) | $(CH_3)_2NC(=S)SSC(=S)N(CH_3)_2$ | 240,4 | I46-I48 | хлороформ, ацетон, н.р.в воде |
| 2. | ТМТМ(тетраметилтиомочевина) | $(CH_3)_2NC(=S)N(CH_3)_2$ | I30,4 | – | хлороформ н.р. в вод |

2.I.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 4I66-76

Бензол,хч.,ГОСТ 5955-75

Серная кислота,хч.,ГОСТ 4204-77,I0% раствор

Нитрат висмута основной,чда.,ГОСТ 4II0-75

Иодид калия,хч.,ГОСТ 4232-74

Сульфат меди,ч.,ГОСТ 4I65-78

Уксусная кислота ледяная,хч.,ГОСТ I8290-72

Пластинки "силуфол" (ЧССР)

Стандартный раствор препарата (готовят отдельно каждый раствор) I0 мг вещества растворяют в I00 мл хлороформа. Хранят в холодильнике. Срок хранения до 6 мес.

Проявляющие реактивы: №I - 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 В 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 I0 мл ледяной уксусной кислоты. Срок хранения в темном месте до I0 дней.

Проявляющий реактив №2 - I% водный раствор сульфата меди.

2.3. Приборы, посуда

Посуда мерная по ГОСТ I770-74

Колбы конические емкостью I00 мл, ГОСТ I0384-72

Колбы грушевидные для отгонки растворителей,ГОСТ 23932-79

Воронки делительные емкостью 250 мл,ГОСТ 25336-82

Воронки химические,ГОСТ 86I3-75

Испаритель ротационный для отгонки растворителей ИР-IМ,ТУ 25-II-9I7-79

Камера хроматографическая,ГОСТ 23932-79

Пульверизатор стеклянный,ГОСТ I039I-79

2.4. Подготовка проб к анализу

Отбор проб производится в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб", утвержденными Зам.Главного Государственного санитарного врача СССР №205I-79.

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

2.5. Проведение определения

2,5.I. Экстракция

Вода. К 200 мл воды прибавляют 30 мл хлороформа, встряхивают I5 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 (I:I), перемешивают. Пробу заливают 30-40 мл смеси хлороформ-ацетон (2:I) , 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:I). 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:I). Рядом наносят 2-I0 мкг стандартного раствора препаратов. Пластинку хроматографируют в системе бензол-ацетон (49:0,5). После того, как фронт растворителя поднимется на I0 см, пластинку вынимают, высушивают на воздухе. Для обнаружения препаратов пластинку обрабатывают проявляющими реактивами либо №I либо №2.

При обработке реактивом №I ( реактив Драгендорфа) препараты обнаруживаются: ТМТД - пятно синего цвета, ТМТМ - пятно оранжевого цвета на светло-коричневом фоне. Окраска устойчива в течение I5-20 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:

$$X = \frac{A}{P}$$ , 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, противоэпидемического 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., Мораду Л.Г. (ВНИИИНТОКС, Киев).

10.04.90. УПК УСХА Зак. 360-380



gost.e-ecolog.ru