ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ
ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ,
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ ПРИ МСХ СССР

М Е Т О Д Ы

определения микроколичеств пестицидов в продуктах питания, кормах и внешней среде

Часть VI (том II)

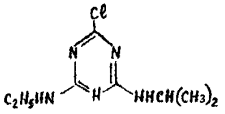
МОСКВА
1974 г.

gost.e-ecolog.ru

КАЧЕСТВЕННЫЙ И КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СИМАЗИНА И АТРАЗИНА В ЯБЛОКАХ, ЯГОДАХ ВИНОГРАДА И ПОЧВЕ.

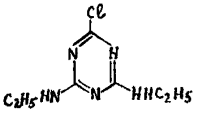
Краткая характеристика препаратов

Атразин – 2-хлор-4-этиламино-6-изопропил-амино-симм триазин и симазин – 2-хлор-4,6-бис/этиламино/-симм-триазин в чистом виде представляют собой твердые вещества. Они мало растворимы в воде, но достаточно хорошо растворимы в метаноле, ацетона, хлороформе, метиленхлориде



М. вес 215,7

Температура плавл. 173-175°С



М.вес 201,6

Температура плав: 225-227°С

Принцип метода[x]

Определение симазина и атразина в яблоках и ягодах винограда основано на экстракции препаратов из растительных объектов ацетоном, перераспределении в метиленхлорид, очистке осаждением коэкстрактивных веществ разбавленной соляной кислотой и реэкстракции триазинов четыреххлористым углеродом.

Для качественного анализа используется тонкослойная хроматография на окиси кремния. Минимально определяемое количество - I мкг препарата в пробе.

Количественный анализ основан на спектрофотометрическом определении продуктов гидролиза триазинов в УФ области спектра. Чувствительность метода 3-5 мкг в пробе. Метод проверен на различных типах почв.

Реактивы и растворы

Ацетон, ч. или технический, перегнанный над

Хлористый метилен, перегнанный.

Метанол, перегнанный.

Четыреххлористый углерод, перегнанный

Хлороформ, очищенный конц.серной кислотой.

Диэтиловый эфир, очищенный I н. серной кислотой

Соляная кислота, 0,I н раствор

Серная кислота, 50% раствор

Окись кремния для люминофоров.

Стандартные растворы симазина и атразина в ацетоне, I00 мкг/мл

Хлорирующий раствор. Смесь равных объемов 1,5% -го раствора $KMnO_4$ и I2%-ой соляной кислоты. Готовить под тягой!

---

x/ Л.П.Дронь /ВНИИ биологических методов защиты растений, г.Кишинев/.

Проявляющий реактив: 0,I г о-толидина растворяют в 0,I мл уксусной кислоты. 0,4 г иодистого калия растворяют в дистиллированной воде. Растворы сливают вместе и разбавляют водой до I00 мл.

Приборы и посуда

Гомогенизатор.

Спектрофотометр.

Колбы круглодонные 0,I, 0,3, 0,5 л.

Колба Бунзена.

Воронка Бюхнера.

Насос Комовского.

Воронки делительные 0,I, 0,5 л

Воронки химические, 6 и I0 см.

Пластинки стеклянные размером 8xI6.

Приготовление пластинок

На стеклянные пластинки наносят тщательно перемешанную смесь I г окиси кремния, 0,I г гипса и 4-4,5 мл дистиллированной воды. Выдерживают их 30-40 мин на воздухе и активируют 30 мин при температуре 75-80°С.

Ход анализа

Экстракция препарата из анализируемой пробы

Яблоки и ягоды винограда. I00 г измельченных яблок или ягод винограда с заданным количеством гербицида гомогенизируют со I50 мл ацетона до полного разрушения растительных тканей /5-I0 мин/. Фильтруют на воронке Бюхнера и промывают осадок на фильтре двумя порциями ацетона по 50 мл. Объединенный фильтрат отгоняют при температуре 40° и уменьшенном давлении /водоструйный насос/ до полного удаления растворителя. Оставшуюся жидкую массу /80-I00 мл/ количественно переносят в делительную воронку, ополаскивая колбу метиленхлоридом. В воронку добавляют I50-200 мл метиленхлорида и встряхивают в течение трех минут.

При этом большая часть коэкстрактивных веществ остается в водной фазе. Триазины переходят в метиленхлорид. После разделения слоев метиленхлорид сливают, отгоняют до небольшого объема /3-5 мл/, который досуха удаляют током воздуха. Остаток растворяют в 10 мл метанола и осаждают боска 100 мл 0,1 н соляной кислоты.

Раствор фильтруют в делительную воронку.

Осадок на фильтре дважды промывают 50 мл подогретой до 40-50°С 0,1 н соляной кислотой. Для окончательной очистки солянокислый раствор растворитель встряхивают с 30 мл четыреххлористого углерода, сливают и отбрасывают. Солянокислый раствор фильтруют через бумажный фильтр в другую делительную воронку, добавляют аммиак до pH 8-10 /универсальный индикатор/ и реэкстрагируют триазины двукратным встряхиванием в течение 2-3-х минут с 50 мл четыреххлористого углерода. Растворитель сливают, пропуская через слой б/в сульфата натрия и концентрируют до объема 0,5-1,0 мл для ТСХ или 10-15 мл для спектрофотометрического определения.

Почва. 100 г воздушно-сухой и просеянной через сито почвы экстрагируют ацетоном. Экстракцию проводят следующим образом: пробу почвы дважды встряхивают в течение часа на механическом встряхивателе с 200 мл растворителя и фильтруют в круглодонную колбу через бумажный фильтр. Экстракцию продолжают путем настаивания, оставляя пробы через ночь со 100 мл свежего растворителя.

Объединенный экстракт /500 мл/ отгоняют под уменьшенным давлением /водоструйный насос/ при температуре не выше 40°С до объема 1-2 мл, после чего в колбу приливают 20-30 мл 0,1 *н* раствора соляной кислоты. Раствор фильтруют через

плотный бумажный фильтр в делительную воронку, дважды ополаскивая колбу и промывая фильтр 10-15 мл раствора соляной кислоты. Солянокислый раствор в делительной воронке подщелачивают аммиаком до pH 8-10 /универсальный индикатор/ и реэкстрагируют атразин или симазин двукратным встряхиванием с 80 мл перегнанного хлороформа в течение двух минут. После разделения слоев хлороформ сливают в круглодонную колбу, пропуская его через слой б/в сульфата натрия, отгоняют растворитель /40°С/ до объема 0,5-0,1 для тонкослойной хроматографии или 8-10 мл для спектрофотометрического определения.

Хроматографирование

Наносят пробу и стандартные растворы препаратов на пластинку и хроматографируют в подвижном растворителе хлороформ-диэтиловый эфир 2:1. Далее пластинку оставляют на воздухе до полного улетучивания паров подвижного растворителя и помещают в эксикатор над хлорирующим раствором на 10-15 мин. Хлорирование необходимо выполнять под тягой.

Пластинку слегка проветривают, помещая в горизонтальном положении на одну-две минуты и обрабатывают проявляющим реагентом. При этом на светлом фоне проявляются компактные синие пятна симазина, R_f 0,40±0,05, или атразина R_f 0,60±0,05.

Открываемый минимум составляет 1 мкг в пробе.

Спектрофотометрическое определение

Раствор триазина в четыреххлористом углероде гидролизуют двумя мл 50%-ой серной кислоты в течение 2-2,5 час, встряхивая периодически. По окончании гидролиза добавляют 8 мл дистиллированной воды, переносят содержимое в делительную воронку и слой органического растворителя

отбрасывают. Водный раствор встряхивают с 20 мл очищенного хлороформа, который также отбрасывают, а гидролизат в другой делительной воронке встряхивают с 20 мл серного эфира. Спектрофотометрируют раствор в кюветах с толщиной слоя I см при 225, 240, 255 нм. По формуле

$$\Delta D = D^{240} - I/2\left(D^{225} + D^{255}\right)$$

находят оптическую плотность исследуемого раствора. Для каждой обработанной пробы необходимо вводить поправку на величину ΔD контрольной пробы. При анализе яблок или ягод винограда значение оптической плотности контрольной пробы изменяется от -0,009 до +0,007. Количественное содержание триазинов находят по предварительно построенному калибровочному графику. Для этого определенное количество препарата /0,0; 0,05; 0,I.....I,0 мл/ вносят в колбу, удаляют растворитель, добавляют 2 мл 50% серной кислоты и далее анализируют, так как описано выше. Прямолинейная зависимость сохраняется в пределах от 0 до I00 мкг.

Расчет анализа производят по формуле:

$$X = \frac{A}{P}$$

где: А- количество препарата , найденное по калибровочному графику, мкг.

Р - навеска исследуемого объекта, г.

gost.e-ecolog.ru