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

Часть 17-я

Данные методики апробированы и рекомендованы в качестве официальных Группой экспертов при Госкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками

Москва — 1988

gost.e-ecolog.ru

" УТВЕРЖДАЮ "

Зам.Главного Государственного
санитарного врача СССР

_____А.И.Заиченко

"22 " мая 1985г.

№ 3885-85

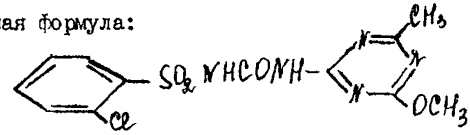
ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ДРХ - 4189 (ГЛИН) В ВОДЕ, ПОЧВЕ, РАСТИТЕЛЬНОМ МАТЕРИАЛЕ МЕТОДОМ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ.

I. Характеристика анализируемого пестицида.

I.I. Глин (ДРХ - 4189).

I.2. 2-хлор- / (4-метокси-6-метил-I,3,5-триазин+2-ил)-аминокарбонил/ бензолсульфаамид.

I.3. Структурная формула:



I.4. Эмпирическая формула $C_{I2}H_{I2}O_4N_5$ CI,м.м. 357,5.

Хорошо растворим в большинстве органических растворителях и растьорах щелочей.

2. Методика определения ДРХ -4189 в воде, почве и растительном материале методом газожидкостной хроматографии.

2.I. Основные положения.

2.I.I. Принцип метода.

Методика основана на определении ДРХ-4189 способом гахожидкостной хроматографии после экстракции гербицида из проо и очистки экстракта.

2.I.2. Метрологические характеристики метода.

Нижний предел детектирования - 0,005 мкг. Чувствительность определения : вода - 0,005 мг/л, почва - 0,02 мг/кг, растительный материал -

0,01 – 0,02 мг/кг.

Среднее значение определения стандартных добавок гербицида :вода-93%, растения – 77,4%, почва – 60%. Стандартное отклонение : 3,10% (вода), 4,39% (растения), 5,10% (почва). Относительное отклонение: 0,03 (вода), 0,06 (растения), 0,08 (почва).

Определению ДРХ-4189 не мешают гербициды группы 2,4-Д, ГХЦГ, 2М-4Х

2.2. Реактивы и растворы.

Этилацетат,х.ч. ГОСТ 22300-76.

Ацетон,чда.ГОСТ 2603-79.

Хлороформ,ГОСТ 215-74.

Эфир диэтиловый,мед.

Кислота хлористоводородная,х.ч. ГОСТ 3118-78.

Гидроксид натрия,х.ч. ГОСТ 4328-77.

Хлорид натрия,чда. ГОСТ 4233-77.

Стандартный раствор ДРХ-4189 в ацетоне (10 мкг/мл).

Эфирный раствор диазометана. 2г N-метил-N-(толуолсульфонил)-4-нитрозамида растворяют в 60 мл диэтилового эфира,к полученному раствору медленно приливают раствор 1г KOH в 10 мл 90%-ного этанола.Смесь отгоняют на ротационном испарителе при 60°С(не подключая вакуум).Полученный желтый раствор диазоэтана используют для метилирования.

Полидиэтиленгликоль изофталат (5%-ный),нанесенный на хроматон N-AWHД (0,100 – 0,125 мм).

Карбовас 20 М (3%), нанесенный на газ-хром Q.

2.3. Приборы и посуда.

Мельница электрическая лабораторная ТУ 46-22-236-79.

Испаритель ротационный ИР-1М,ТУ 25-11-917-74.

Воронки делительные ВД-3-500,ГОСТ 8613-75.

Колбы остродонные ОКШ-50-14/23 ТС,ГОСТ 10394-72.

Колбы мерные , 100 $см^3$, ГОСТ 1770-74.

Микропипетки.

Микрошприц МШ-10.

2.4. Подготовка к определению.

2.4.1. Отбор и подготька проб.

Отбор проб проводят в соответствии с " Унифицированными правилами отбор проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов", утвержденными заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР 21.08.79 г. № 2051 -79.

2.5. Проведение определения.

2.5.1. Экстракция.

Вода. 100-200 мл воды подкисляют до pH 1-2 и трижды экстрагируют хлороформом по 20 - 40 мл. Хлороформный экстракт фильтруют по 20-40 мл. Хлороформный экстракт фильтруют через двойной плотный бумажный фильтр и упаривают на ротационном испарителе при температуре 35-40°С до объема 0,1 - 0,2 мл, который испаряют в токе холодного воздуха.

Растения, почва. Зерно и семена льна предварительно измельчают на электрической мельнице, почву просеивают.

50-100 г растительной массы или почвы настаивают со 100 - 200 мл этилацетата в течение 16 - 18 часов. Экстракт фильтруют через плотный бумажный складчатый фильтр. Остаток встряхивают дважды с 50 - 100 мл этилацетата в течение 10 минут.Объединенные экстракты упаривают досуха на ротационном испарителе при 35 - 40°С. При анализе семян льна упаривают до тех пор , пока в колбе останется неиспаряющийся остаток(5-10 мл). К остатку приливают 50 мл 1%-ного раствора NaOH, насыщенного NaCl и перемешивают. Колбу 2 раза смывают тем же раствором.

Через 5 - 10 мин щелочной раствор фильтруют через складчатый бумажный фильтр, после чего подкисляют до pH 1-2 и экстрагируют трижды

хлороформам (по 40 мл) встряхивая I - 2 минуты каждый раз.(Первое встряхивание проводят осторожно, чтобы не образовалась стойкая эмульсия). Хлороформный экстракт пропускают через двойной плотный бумажный фильтр и упаривают досуха.

К сухому остатку в грушевидной колбочке приливают 5 мл эфирного раствора диазометана и выдерживают 30 минут. Затем эфир отгоняют на ротационном испарителе досуха, остаток растворяют в I мл ацетона и I-5 мкл вводят в испаритель.

В колбочку вносят I - 5 мкг гербицида, растворитель выдувают и метилируют как описано выше. В испаритель вводят I - 5 мкг ацетонового раствора.

2.5.2. Условия хроматографирования.

Хроматографирование проводят при следующих условиях : хроматограф "Цвет - I06" с детектором постоянной скорости рекомбинации, шкала ИМТ = I0 x $I0^{-I2}$, скорость протяжки диаграммной ленты I см/мин. Колонка стеклянная, спиральная I000 x 3;5 мм, заполненная 5%-ным полидиэтиленгликоль изофталатом на хроматоне N-AW HMDS(0,I00-0,I25 мм) или 3%-ным карбоваксом 20М на газ-хроме Q Температура для первой колонки 230°С. для второй-200° С Времена удерживания равны соответственно 5 мин 30 сек. и 6 мин 45 сек.

Температура испарителя 230°С, детектора 270°С.

Газ-носитель - азот особой чистоты (60 мл/мин), газ для поддува детектора - азот (ост) - I45 мл/мин.

2.5.3. Обработка результатов анализа.

Для количественного анализа измеряют площадь пиков проб и стандартных растворов. Содержание барнона в пробе расчитывают по формуле:

$$X = \frac{M_{ст} \cdot S_{пр} \cdot V_к}{S_{ст} \cdot V_{пр} \cdot M}$$

где X - содержание глина в пробе, мг/кг или мг/л,

$M_{ст}$ - содержание гербицида в стандартном растворе, мкг.

$S_{пр}$ - площадь пика пробы , мм^2

$S_{ст}$ - площадь пика стандартного раствора, мм^2

$V_к$ - объем конечного экстракта, мкл

$V_{хр}$ - объем экстракта, введенный в хроматограф

M - навеска пробы, г.

2.6. Требования техники безопасности.

При анализе необходимо выполнять требования техники безопасности, рекомендованные для работ с органическими растворителями и кислотами, а также соблюдать правила техники безопасности, производственной санитарии, противоэпидемического режима и личной гигиены при работе в лабораториях (отделениях,отделах) санитарно - эпидемиологических учреждений системы МЗ СССР № 2455 - 81 от 20.10.81г.

2.7. Настоящие методические указания составлены по материалам Белорусского НИИ защиты растений (П.М.Кислушко,АМ.Борисевич).

gost.e-ecolog.ru