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

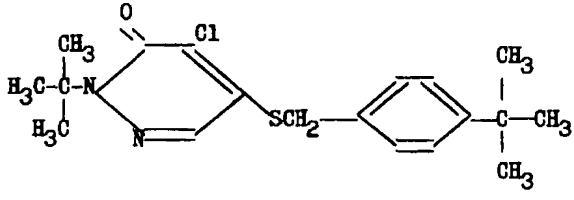
МОСКВА
ЦЕНТР НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ИНФОРМАЦИИ,
ПРОПАГАНДЫ И РЕКЛАМЫ
1994 г.

gost.e-ecolog.ru

УТВЕРЖДЕНО
МИНИСТЕРСТВОМ ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР
"29"июля 1991 г.
№ 6206-91

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ САНМАЙТА В ВОДЕ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ

1.Краткая характеристика препарата



М.м.364,9

$C_{19}H_{25}ClN_2OS$

Санмайт-4-хлор-2(1,1-диметилэтил-5/// 4-(1,1диметилэтил/-/-фенил/метил/тио-3(2H)-пиридазин-

белое,кристаллическое вещество с температурой плавления 111-112^{0}С.Легко растворим в ацетоне,хлороформе,растворим в спирте,бензоле,нерастворим в воде.Устойчив при комнатной температуре.Разлагается при сильном УФ-облучении.

2.1.Принцип метода

Метод основан на извлечении санмайта из воды гексаном и дальнейшем

Разработчики:Кузнецова Е.М.,Гиренко Д.Б.,ВНИИГИНТОКС,г.Киев.

хроматографировании препарата (ТСХ,ГЖХ).

2.1.2.Метрологическая характеристика метода

Предел обнаружения,мг/л-0,005

Диапазон измеряемых концентраций,мг/л-0,005-0,5

Метод	Среднее значение определения,%	Стандартное отклонение, %	Относительное стандартное отклонение,%	Доверительный интервал среднего,% при n=5 P=0,95
ГЖХ	90,8	6,64	3,32	7,31
ТСХ	80,9	4,97	2,48	6,14

2.1.3.Избирательность метода

Определению не мешают наполнители технического препарата.

2.2.Реактивы,растворы,материалы

Ацетон,осч.,9-5 ТУ 6-09-3513-86.

Гексан,х.ч.,ТУ 6-09-3375-78.

Натрия сульфат безводный,чда,ГОСТ 4166-76.

Стандартный раствор санмайта,содержащий 100 мкг/мл вещества.

Стандартный раствор санмайта,содержащий 100 мкг/мл вещества,готовят растворением 10 мг препарата в мерной колбе с притертой пробкой в 100 мл ацетона.Хранят в холодильнике не более месяца.

Спирт этиловый,96%-ный,ГОСТ 5962-81.

Универсальная индикаторная бумага,ТУ 6-09-1181-71.

К методу ГЖХ

Носитель для колонки -Хроматон N-AW с 5% SE-30

Азот особой чистоты,ГОСТ 9293-74,в баллонах с редуктором

К методу ТСХ

О-толидин МРТУ 6-09-6332-75.

Кислота уксусная ледяная,х.ч.,ГОСТ 18270-72.

Калия иодид,х.ч.,ГОСТ 4232-74.

Калия марганцевокислый,х.ч.,ГОСТ 20490-75.

Кислота соляная,х.ч.,ГОСТ 3118-77.

Пластинки "Silufol" (Хемапол,ЧССР).

Подвижная фаза-ацетон-гексан 1:1.

Проявляющий реактив.Готовят раствор А: 0,2 г о-толидина растворяют в 2 мл уксусной кислоты.Раствор Б- 0,8 г иодида калия растворяют в 2 мл дистиллированной воды.Растворы А и Б смешивают и доводят дистиллированной водой до 100 мл.

Раствор для хлорирования.На дно эксикатора помещают 2-3 г перманганата калия и добавляют 10-15 мл дистиллированной воды.Затем сюда же приливают 8-10 мл концентрированной соляной кислоты.

2.3.Приборы и посуда

Ротационный вакуумный испаритель для отгонки растворителей ИР-1 М, ТУ 25-11-917-74.

Водяная баня,ТУ 64-1-425-72.

Колбы конические,емкостью 100 мл,ГОСТ 25336-82.

Колбы грушевидные,ГОСТ 25336-82.

Посуда мерная по ГОСТ 1770-74.

Цилиндры мерные,ГОСТ 1770-74.

Пипетки на 0,1 мл и 1 мл,ГОСТ 20292-74.

Воронки химические,ГОСТ 25336-82.

Воронки делительные,ГОСТ 25336-82.

К методу ГЖХ

Хроматограф с детектором постоянной скорости рекомбинации (типа

Цвет,Газохром или др.)

Микрошприц,МШ-10,ТУ 283-3-106.

Колонка хроматографическая,стеклянная,длина 1 м,внутренний диаметр 3 мм.

К методу ТСХ

Камера хроматографическая,ГОСТ 25336-82.

Пульверизатор стеклянный,ГОСТ 25336-82.

2.4.Подготовка к определению

2.4.1.Отбор проб

Отбор проб осуществляется в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции,продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов", утвержденными Минздравом СССР,№ 2051-79 от 21.08.79 г.

2.5.Проведение определения

2.5.1.Экстракция и очистка

Пробу анализируемой воды объемом 500 мл (pH воды равен 7 по универсальной индикаторной бкмаге) помещают в делительную воронку на 1000 мл и экстрагируют санмайт дважды гексаном порциями по 30 мл.Водногексановую смесь в воронке встряхивают в течение 5 мин.Для лучшего расслаивания водной фазы и растворителя в воронку пипеткой вносят 1 мл 96%-ного этилового спирта.Обьединенный гексановый экстракт сушат безводным сульфатом натрия (примерно 1 столовая ложка) и отгоняют растворитель до обьема 0,2-0,3 мл.

2.5.2.Определение методом ГЖХ

Остаток растворителя тщательно удаляют в токе воздуха.Сухой оста-

ток растворяют в 1 мл ацетона и вводят в хроматограф 4 мкл.

Условия хроматографирования

Длина колонки -1 м

Диаметр колонки -3,5 м

Твердый носитель Хроматон N-A-W

Жидкая фаза -5% SE-30

Температура колонки -220^{0}C

Температура испарителя -240^{0}C

Температура детектора -260^{0}C

Газ-носитель -азот

Скорость потока газа-носителя-60 мл/мин

Скорость диаграмной ленты-240 мм/ч

Объем вводимой пробы -4 мкл

Время удерживания - 5 мин

Нижний предел детектирования - 1 нг

Количественное определение проводят методом расчета по соотношениям высота пика-концентрация.Для этого до и после анализа проб вводят в хроматограф по 4 мкл стандартного раствора,измеряют высоту пиков и вычисляют среднее арифметическое из 3-х определений.Если при введении в хроматограф аликвотной части (4 мкл) конечного экстракта его концентрация превышает линейный диапазон детектирования,пробу разбавляют.

Концентрацию препарата (X)в мг/л воды вычисляют по формуле:

$$X=\frac{C_{ст}.V_{ст}.h_{пр}.V_{общ}}{V_{пр}.h_{ст}.P}$$,где

$C_{ст}$-концентрация санмайта в стандартном растворе,введенном в хроматограф,мкг/мл;

$V_{ст}$-обьем пробы стандарта,введенный в хроматограф,мкл;

$h_{пр}$-высота пика пробы,мм;

$V_{общ}$-общий объем пробы,мл;

$V_{пр}$-обьем пробы,введенный в хроматограф,мкл;

$h_{ст}$-высота пика стандарта,мм;

Р-навеска пробы,мл.

2.5.3.Определение методом ТСХ

Раствор пробы после упаривания с помощью капилляра или микропипетки количественно наносят на пластинку "Silufol" так,чтобы диаметр пятна не превышал 1 см.Стенки колбы смывают несколькими каплями растворителя, который наносят в центр пятна.Рядом с пробой наносят стандартные растворы,содержащие 1,2,5,10 мкг препарата,после чего пластинку помещают в хроматографическую камеру.После подъема фронта смеси растворителей ацетон: гексан 1:1 на 10 см,пластинку вынимают из камеры,сушат на воздухе,помещают в эксикатор с раствором для хлорирования (на 5 мин).Пластинку вынимают из эксикатора,выдерживают на воздухе до полного выветривания хлора (больше 1 часа) и опрыскивают проявляющим раствором - раствором о-толидина.Препарат проявляется в виде темно-фиолетового пятна.Нижний предел обнаружения - 1 мкг.Величина R_f=0,58.

Концентрацию санмайта (X) в воде в мг/л вычисляют по формуле:

$$X=\frac{A}{P},\text{ где}$$

А-количество санмайта,найденное в хроматографируемой пробе,мкг;

Р-навеска анализируемой пробы,мл.

3.Требования безопасности

Выполняются в соответствии с "Правилами устройства,техники безо-

пасности,производственной санитарии,противопожарного режима и личной гигиены при работе в лабораториях (отделениях,отделах) санэпид учреждений системы МЗ СССР № 2255-81 от 20.10.81.

gost.e-ecolog.ru