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 № 24

МОСКВА
ЦЕНТР НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ИНФОРМАЦИИ,
ПРОПАГАНДЫ И РЕКЛАМЫ
1996 г.

gost.e-ecolog.ru

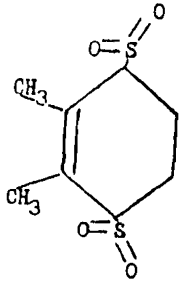
"Утверждено" Министерством
здравоохранения СССР
"29" июля 1991 г.
N 6140-91.

Временные методические указания по определению диметипина в воде, почве, семенах льна и хлопчатника газожидкостной хроматографией.

1. Краткая характеристика препарата.

Диметипин - 2,3-дигидро-5,6-диметил-1,4-дитин-1,1,4,4- тетраоксид - является действующим веществом дефолианта "Харвейд"Юнироял , США.

Структурная формула:



Эмпирическая формула:$C_6H_{10}O_4S_2$

Молекулярная масса 210,3.

В чистом виде - белое кристаллическое вещество, Тпл 162-167 ° С. Растворимость:(г/100г растворителя при 25° С) в хлороформе-6,8; дихлорметане-13,9; диоксане-13,9; этилацетате-6,7; ацетоне-18,6; толуоле-1,7; этаноле-1,5; воде-0,3.

Рекомендуется в качестве дефолианта на хлопчатнике, льне, подсолнечнике. МДУ и ПДК не установлены.

$ЛД_{50}$ для крыс 1180 мг/кг.

2. Методика определения диметипина в воде, почве, семенах льна и хлопчатника газожидкостной хроматографией.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Разработчики: А.Ф.Скурьят, Л.В.Зубкевич, Н.В.Петрашкевич, Н.В.Петрученя, Г.К.Карченя (Белорусский НИИ защиты растений).

Метод основан на извлечении диметипина из воды хлороформом, почвы-водой,семян-смесью ацетонитрил-вода, очистке экстракта перераспределением в органический растворитель, дополнительной очистке экстрактов из семян на колонке с окисью алюминия с последующим определением препарата методом ГЖХ с детектором постоянной скорости рекомбинации электронов.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода.

Минимально детектируемое количество - 0,5 нг (чувствительность детектора). Линейный динамический диапазон - 0,5-4 нг.

Нижний предел определения, мг/кг, мг/л
- вода - 0,0015
- почва - 0,01
- льносемена - 0,02
- семена хлопчатника - 0,02.

Среднее значение определения, %
- вода - 94,6
- почва - 86,3
- льносемена - 78,6
- семена хлопчатника - 76,4.

Стандартное отклонение, %
- вода - 3,6
- почва - 7,4
- льносемена - 8,6
- семена хлопчатника - 8,9.

Относительное стандартное отклонение, %
- вода - 2,8
- почва - 4,1
- льносемена - 4,3
- семена хлопчатника - 4,9.

Доверительный интервал при P=0,95, n=15, %
- вода - 94,6± 3,4
- почва - 86,3± 5,7
- льносемена - 78,6± 6,0
- семена хлопчатника - 76,4± 7,2.

2.2. Растворы и реактивы.

Дистиллированная вода.

Хлороформ, х.ч., ТУ 6-11-8-71.

Этилацетат, ч.д.а., ГОСТ 22300-76.

Ацетонитрил, х.ч., МРТУ 6-09-3534-74.

Ацетон, ч.д.а., ГОСТ 2603-79.

Окись алюминия нейтральная, Хемапол.

Сульфат натрия, безводный, ГОСТ 4166-76.

Хроматон N-супер (0,125-0,160 мм) с 3% OV-120, Хемапол.

Диметипин, ан.стандарт, фирма Юниоял.

Стандартный раствор диметипина в ацетоне с концентрацией 100 мкг/мл. Рабочий раствор с концентрацией 0,5 мкг/мл получают путем соответствующего разбавления стандартного раствора (100 мкг/мл).

2.3. Приборы и посуда.

Хроматограф "Цвет-106" с детектором постоянной скорости рекомбинации электронов.

Аппарат для встряхивания АВУ-1, ТУ 64-1-1081-73.

Микроразмельчитель тканей РТ-2, ТУ 64-1-1505-73.

Ротационный испаритель ИР-1М, ТУ 25-11-917-74.

Делительные воронки на 500,100 мл, ГОСТ 10054-75.

Колбы плоскодонные, конические на 250, 500 мл, ГОСТ 10394-72.

Колбы круглодонные на 100 мл, ГОСТ 10394-72.

Мерные цилиндры на 100 мл, ГОСТ 1770-74.

Пипетки на 0,1 и 1 мл, ГОСТ 1770-74.

Колбы грушевидные на 50 мл, ГОСТ 10384-72.

2.4. Подготовка к определению.

2.4.1. Отбор проб.

Пробы для анализа отбирают согласно "Унифицированным правилам отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов", утвержденным Зам.Главного Государственного санитарного врача СССР 21.08.1979 г., N 2051-79.

2.5. Проведение определения.

Почва. 10 г воздушно-сухой, просеянной через сито 2 мм почвы, гомогенизируют со 200 мл дистиллированной воды в микроразмельчителе тканей в течение 3-х минут при скорости вращения ножа-размельчителя 5000 об/мин. Затем суспензию центрифугируют при 3000 об/мин в течение 5 минут, фильтруют, а твердый остаток повторно гомогенизируют с 200 мл воды, центрифугируют, фильтруют и фильтраты объединяют в делительной воронке.

Из водного раствора диметипин извлекают этилацетатом (хлороформом) дважды по 100 мл. Объединенный этилацетат осушают и упаривают на ротационном испарителе досуха при температуре не более 40° С. Остаток растворяют в 1 мл ацетона и аликвоту 2-5 мкл хроматографируют.

Вода. 100 мл воды экстрагируют этилацетатом (хлороформом) дважды по 100 мл и в дальнейшем поступают так, как описано для почвы.

Семена (лен, хлопчатник). 5 г измельченных льносемян экстрагируют 100 мл смеси ацетонитрил-вода (2:1) при встряхивании в течение часа. Раствор фильтруют, промывают остаток в колбе 50 мл смеси ацетонитрил-вода и фильтруют. Объединенный фильтрат переносят в делительную воронку, добавляют 150 мл воды и препарат экстрагируют хлороформом дважды по 100 мл. Хлороформ сушат над безводным сульфатом натрия и растворитель упаривают на ротационном испарителе до объема 1-2 мл. Для очистки образца в широкий бюкс присыпают 10 г окиси алюминия и количественно переносят хлороформный

экстракт на сорбент. Растворитель удаляют в вытяжном шкафу, помещая бюкс на песочную баню с температурой 40° С. Сорбент тщательно перемешивают и переносят в хроматографическую колонку с ватным тампоном. Диметипин элюируют 300 мл воды со скоростью вытекания элюата из колонки90-100 капель в минуту (скорость регулируют с помощью вакуума, создаваемого водоструйным насосом). Из водного раствора диметипин экстрагируют этилацетатом (хлороформом) дважды по 100 мл. Дальнейшие процедуры аналогичны описанным для почвы.

Условия хроматографирования.

Колонка спиральная 1800 х 3 мм, заполненная хроматоном N-супер с 3% OV-210.

Расход носителя (азот ос.ч.) - 30 мл/мин.

Продувка детектора - 150 мл/мин.

Температура колонки - 180° С.

Температура испарителя - 240° С.

Температура детектора - 280° С.

Время удерживания - 10 минут.

Линейный динамический диапазон - 0,5-4 нг.

Скорость диаграммной ленты - 240 мм/час.

Рабочая шкала электрометра - 20.10^{-12} А.

2.6. Обработка результатов анализа.

Количественное определение проводят методом абсолютной калибровки.

Количество диметипина в пробе рассчитывают по формуле:

$$X=\frac{C.H_2.V_2}{H_1.V_1.P}$$, где

X - количество диметипина, мг/л, мг/кг;

C - количество диметипина в стандартном растворе, введенного в хроматограф;

H_1 - высота пика стандартного раствора, введенного в хроматограф, мм;

H_2 - высота пика препарата в анализируемой пробе, мм;

V_1 - объем экстракта, введенного в хроматограф, мкл;

V_2 - объем анализируемой пробы, мкл;

P - масса анализируемой пробы, г, мл.

3. Техника безопасности.

Необходимо соблюдать общепринятые правила техники безопасности при работе с органическими растворителями и токсическими веществами.

gost.e-ecolog.ru