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.

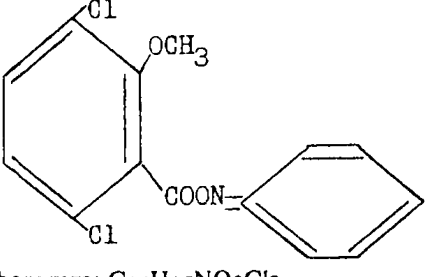
N 6091-91.

Временные методические указания по определению оксима дикамбы в воде, почве, зеленой массе и зерне зерновых культур методом тонкослойной хроматографии.

1. Краткая характеристика препарата.

Химическое название: N-циклогексанон-0-(2-метокси-3,6 -дихлорбензоил)оксим. Один из компонентов смесевого препарата чистолан, НИТИГ, Башкирия.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_{14}H_{15}NO_3Cl_2$

Молекулярная масса 316,17.

Физико-химические свойства: белое кристаллическое вещество, Тпл 56-60° С. Растворим в хлороформе, ацетоне, этилацетате, циклогексаноне, бензоле, четыреххлористом углероде, гексане. Практически нерастворим в воде. При температуре выше 155° С автокаталитически разлагается.

Применяется в качестве гербицида в посевах зерновых культур.

2. Методика определения оксима дикамбы в воде, почве, зеленой массе и зерне зерновых культур тонкослойной хроматографией.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Метод основан на экстракции пестицида из воды гексаном, из почвы ацетоном, из зеленой массы и зерна ацетонитрилом, очистке экстрактов и хроматографическом определении в тонком слое силикагеля при обнаружении зон локализации обработкой 0,5%-ным спиртовым раствором дифениламина и экспозиции в УФ-свете.

Разработчики: Р.Г.Юркова, И.И.Пиленкова, ВНИТИГ, г. Уфа.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода.

Метрологические характеристики	Значение метрологических характеристик		
	вода	почва	зеленая масса, зерно
Диапазон определяемых концентраций, мг/кг, мг/л	0,005-1,5	0,02-1,0	0,01-1,0
Предел обнаружения, мкг	1,0	1,0	1,0
Предел обнаружения в пробах, мг/кг, мг/л	0,005	0,02	0,01
Среднее значение определения стандартных количеств, %	90,0	80,0	85,5
Число параллельных определений, n	9	9	9
Стандартное отклонение S, %	7,5	4,2	3,4
Относительное стандартное отклонение ΔS, %	0,08	0,05	0,04
Доверительный интервал среднего при P=0,95 и n=9, %	90,0±6,4	80,0±3,2	85,5±2,6

2.1.3. Избирательность метода.

Метод селективен. Определению не мешают хлорорганические пестициды, симмтриазины.

2.2. Реактивы и растворы.

Оксим дикамбы с содержанием основного вещества не менее 96%.

Ацетон, чда., ГОСТ 2603-79.

Ацетонитрил, ч., ТУ 6-09-3534-74.

Гексан, ч., ТУ 6-09-3375-78.

Спирт этиловый технический ректификованный, ГОСТ 18300-87.

Хлороформ, чда., ГОСТ 20015-74.

Алюминия оксид нейтральный для хроматографии Л 40/250 производства ЧСФР.

Силикагель для хроматографии ЛС 5/40 с 13% гипса, производства фирмы "Хемапол" (ЧСФР).

Дифениламин, чда., ГОСТ 5825-70.

Натрий сернокислый безводный, хч., ГОСТ 4166-76.

Бумага фильтровальная.

Вата.

Пластинки "Силуфол" размером 150х150 мм производства фирмы "Хемапол".

Стандартный раствор N 1 оксима дикамбы с концентрацией 1000 мкг/мл готовят в мерной колбе вместимостью 100 мл растворением навески 0,1000 г в гексане.

Стандартные растворы NN 2-7 оксима дикамбы с концентрациями 5; 10; 25; 50; 100; 150 мкг/мл готовят в мерных колбах вместимостью 100 мл разбавлением 0,5; 1,0; 2,5; 5,0; 10,0 и 15,0 мл стандартного раствора N1 гексаном.

Стандартные растворы устойчивы в течение месяца при хранении в холодильнике.

Проявляющий реактив - 0,5%-ный спиртовой раствор дифениламина. Раствор устойчив длительное время.

2.3. Приборы и посуда.

Весы лабораторные аналитические, ГОСТ 24104-80.

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

Испаритель ротационный ИР-1М, ТУ 25211-917-74.

Монохроматор КФ-4 или аналогичный источник УФ-света.

Насос вакуумный ВН-461М.

Штатив лабораторный, ТУ 64-1-707-76.

Электроплитка, ТУ 92-275-76.

Воронки делительные, ГОСТ 10054-82, вместимостью 250 и 500 мл.

Воронки химические конусообразные, ГОСТ 25336-82Е.

Камера хроматографическая стеклянная типа СП-4,0 или СЦ-4,0 ГОСТ 25336-82Е.

Камера для опрыскивания, ГОСТ 11413-70.

Капилляры стеклянные.

Колонка хроматографическая стеклянная размером 30х0,8 см.

Колбы конические на шлифах, ГОСТ 25336-83Е, вместимостью 250 мл.

Колбы грушевидные для отгонки растворителя на шлифах, ГОСТ 25336-82Е, вместимостью 100 мл.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74Е, вместимостью 100 мл.

Мельница лабораторная (кофемолка).

Микрошприц МШ-10М.

Пипетки различной вместимости с ценой деления 0,01 и 0,1 мл, ГОСТ 20292-74.

Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 10391-74.

Стаканы химические, ТУ 25-11-944-74.

Цилиндры различной вместимости, ГОСТ 1770-74Е.

2.4. Подготовка к определению.

2.4.1. Приготовление подвижной фазы.

В хроматографической камере за 30 мин до хроматографирования смешивают гексан с хлороформом в объемном соотношении 1:1 в таком количестве, чтобы высота слоя растворителей не превышала 0,5 см.

2.4.2. Подготовка хроматографической колонки.

Стеклянную колонку размером 30х0,8 см заполняют оксидом алюминия на

высоту 2 см (низ) и силикагелем на высоту 2 см (верх) при уплотнении сорбента легким постукиванием по колонке.

2.4.3. Приготовление стандартной шкалы.

На хроматографической пластинке "Силуфол" на расстоянии 15 см от нижнего края намечают линию старта. Справа и слева от центра на расстоянии 15 мм друг от друга наносят серию стандартных пятен - по 0,2 мл стандартных растворов NN 2-7. Диаметр пятен не должен превышать 10 мм. Содержание оксима дикамбы в пятнах стандартной шкалы соответствует 1; 2; 5; 10; 20 и 30 мкг.

2.5. Отбор проб.

Отбор проб производится в соответствии с" Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов", утвержденными 21.08.1979 г., N 2051-79.

2.6. Проведение определения.

2.6.1. Экстракция и очистка экстрактов.

Вода. Пробу воды объемом 20-200 мл приливают в делительную воронку и препарат экстрагируют тремя порциями гексана по 50 мл. Гексановые экстракты последовательно пропускают через безводный сернокислый натрий (20 г), помещенный на бумажный фильтр в конусообразную воронку.Фильтрат концентрируют с помощью ротационного испарителя при температуре бани не выше 40° С до объема 0,5-1 мл, а затем в слабом токе воздуха до 1-2 капель. Остаток растворяют в 0,2 мл гексана.

Почва. 30-50 г воздушно-сухой почвы помещают в коническую колбу с притертой пробкой и препарат экстрагируют дважды ацетоном порциями по 30 мл, встряхивая каждый раз по 30 мин. Почву отфильтровывают под вакуумом. Объединенный фильтрат концентрируют до 5-7 мл, разбавляют 25 мл дистиллированной воды и интенсивно встряхивают в течение 2-3 мин.Выпавшие хлопья отфильтровывают через бумажный фильтр, помещенный в коническую воронку. Фильтр промывают смесью ацетона (1мл) и воды (5 мл). Оксим дикамбы дважды экстрагируют из фильтрата гексаном порциями по 50 мл. Гексановый экстракт пропускают через безводный сернокислый натрий (50 г.), концентрируют с помощью ротационного испарителя до 0,5-1 мл, а затем в слабом токе воздуха до 1-2 капель. Остаток растворяют в 0,2 мл гексана.

Зеленая масса и зерно. 30-100 г измельченной на кофемолке пробы помещают в коническую колбу с притертой пробкой, заливают 80 мл смеси ацетонитрила и дистиллированной воды (10:1), встряхивают в течение 30 мин и фильтруют под вакуумом. Пробу на фильтре тщательно отжимают и промывают 30 мл той же смеси. Фильтрат переливают в делительную воронку и экстрагируют гексаном порциями по 10 мл до тех пор, пока гексановый экстракт не станет бесцветным (5-7 экстракций).Гексановые вытяжки отбрасывают. Ацетонитрильный слой разбавляют 110 мл хлороформа и осушают пропусканием через безводный сернокислый натрий (50 г), образец концентрируют с помощью

ротационного испарителя при температуре бани не выше 40°С до 0,5-1 мл, а затем - в слабом токе воздуха до 1-2 капель.Остаток с помощью гексана количественно переносят в колонку с сорбентом и коэкстрактивные вещества элюируют под вакуумом 50 мл гексана со скоростью 40-80 капель в мин, оксим дикамбы собирают в другой приемник при элюировании 20 мл смеси гексан:ацетон (50:1). Элюат, содержащий препарат, осторожно концентрируют при указанных выше условиях. Остаток растворяют в 0,2 мл гексана.

2.6.2. Хроматографирование.

Раствор исследуемой пробы в гексане с помощью стеклянного капилляра наносят в центр линии старта хроматографической пластинки, на которую нанесена стандартная шкала. Пластинку помещают в наклонном положении в хроматографическую камеру с подвижной фазой, элюируют на высоту поднятия фронта растворителя 10 см, после чего пластинку вынимают из камеры и подсушивают на воздухе в вытяжном шкафу.

Пластинку обрабатывают из пульверизатора проявляющим реактивом и, не подсушивая, помещают под источник УФ-света на 5-10 мин. Оксим дикамбы проявляется в виде фиолетовых пятен на светлом фоне с R_f 0,23 ± 0,02.

2.7. Обработка результатов анализа.

Количественное определение оксима декамбы проводят путем измерения площадей пятен пробы и соответствующего ему по интенсивности окраски стандартного пятна с помощью прозрачной миллиметровой бумаги.

Содержание оксима дикамбы в пробе (X) в мг/кг (мг/л) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{A.S_{пр}}{S_{ст}.P}$$

где A - количество оксима дикамбы в стандартном пятне,мкг;

Sпр,Sст - площади пятен пробы и стандарта соответственно,$мм^2$;

P - навеска или объем анализируемой пробы, г(мл).

3. Требования техники безопасности.

Соблюдать все необходимые требования техники безопасности при работе в химических лабораториях, правила производственной санитарии, противоэпидемического режима и личной гигиены при работе в лабораториях (отделениях, отделах) санитарно-эпидемиологических учреждений системы Минздрава СССР. (N 455-81 от 20.10.81 г.)

gost.e-ecolog.ru