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.

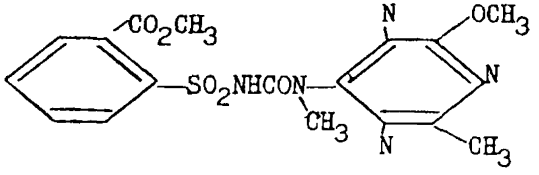
N 6076-91

Временные методические указания по определению остаточных количеств трибенурон-метила в воде, почве, зерне и зеленой массе зерновых культур хроматографическими методами.

1. Краткая характеристика препарата.

Трибенурон-метил - метиловый эфир 2-[4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2-ил(метил)карбамоилсульфамоил]=бензойной кислоты метиловый эфир.

Торговое название: Гранстар, фирма Дюпон, США.



$C_{15}H_{17}N_5O_6S$

М.м. 395,4

Хорошо растворим в ацетонитриле, хлороформе, метаноле, воде (pH 6).

2. Методика определения гранстара в воде, почве, зерне и зеленой массе зерновых культур хроматографическими методами.

2.1. Принцип метода.

Метод основан на извлечении гранстара водой при pH 6,0; очистке экстрактов путем реэкстракции органическим растворителем и дальнейшем определении методом ГЖХ или ТСХ.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода.

Предел определения - 0,005-0,02 мг/л (мг/кг)

Разработчики: Кошарновская Т.А., Морару Л.Е., Гиренко Д.Б. (УкрНИИГИНТОКС, г. Киев).

Объект	Среднее значение определения, %	Стандартное отклонение, %	Относительное стандартное отклонение, %	Доверительный интервал среднего, % при n=5, P=0,95
ГЖХ				
Вода	89,0	4,4	4,9	±5,45
Почва	83,5	4,1	4,9	±5,07
Зеленая масса	79,7	3,0	3,8	±3,72
Зерно	87,1	1,2	1,4	±1,49
ТСХ				
Вода	88,2	5,2	4,2	±6,4
Почва	80,0	3,75	4,7	±4,6
Зеленая масса	79,0	5,90	7,5	±7,3
Зерно	86,4	5,2	6,0	±6,4

2.2. Реактивы, растворы, материалы.

Трибенурон-метил, ан.стандарт, фирма Дюпон.

Хлороформ, х.ч., ГОСТ 20015-74.

Толуол, чда, ГОСТ 5789-78.

Этиловый спирт, 96%, ТУ 6-09-17-10-77.

Основной стандартный раствор трибенурон-метила, содержащий 100 мкг/мл готовят растворением препарата в силиканизированной мерной колбе на 100 мл в хлороформе. Раствор хранят в холодильнике не более месяца.

Рабочие стандартные растворы 1-10 мкг/мл готовят из основного раствора разведением в хлороформе. Хранят в силиканизированной посуде в холодильнике не более 5 дней.

К методу ГЖХ.

Ацетон, осч 9-5 ТУ 6-09-3513-86.

Бензол, х.ч., ГОСТ 5955-81.

Лимонная кислота, ГОСТ 3652-74, 2%-ный водный раствор.

Нитрат серебра, ГОСТ 1277-81.

Бромфеноловый синий, ТУ 6-09-1058-76.

Пластинки "Силуфол" (Хемапол, ЧССР).

Подвижная фаза бензол-ацетон 6:1.

Проявляющий реактив: Раствор А: 100 мг бромфенолового синего растворяют в 10 мл ацетона. Раствор Б: 1 г нитрита серебра растворяют в 40 мл воды и прибавляют 120 мл ацетона.

Растворы А и Б сливают в мерную колбу на 200 мл и доводят до метки ацетоном.

К методу ТСХ.

Трифторуксусный ангидрид, ТУ 6-09-4135-75.

Пиридин, ч., ГОСТ 13647-78.

Раствор для силиконизирования стеклянной посуды.

Диметилдихлорсилан-30 мл, ТУ 6-09-14-700-78, ч., растворяют в 1 л толу-

ола.

2.3. Приборы и посуда.

Посуда мерная по ГОСТ 1770-74.

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74.

Водяная баня, ТУ 64-1-2850-76.

Воронки химические, ГОСТ 8613-75.

Воронки делительные, ГОСТ 1770-74.

Колбы грушевидные, ГОСТ 10394-72.

Колбы конические 50, 100 мл, ГОСТ 10394-72.

Сушильный шкаф, ТУ 64-1-1411-76.

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

К методу ГЖХ.

Хроматограф с детектором постоянной скорости рекомбинации (тип Цвет, 3 Газохром или др.).

Микрошприцы на 10 мкл, МШ-10, ТУ 283.3-106.

Колонки стеклянные хроматографические, длина 1 м, d=3 мм.

К методу ТСХ.

Камера хроматографическая, ГОСТ 23932-79.

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 10391-79.

2.4. Подготовка к определению.

2.4.1. Подготовка стеклянной посуды.

Всю стеклянную посуду перед началом анализа силиканизируют. Для этого посуду погружают в раствор для силиканизирования на 5 мин. Затем ополаскивают толуолом, несколько раз тщательно промывают этиловым спиртом, дистиллированной водой, снова этанолом и высушивают в сушильном шкафу при температуре +105° С. По окончании анализа посуду моют раствором детергента, ополаскивая дистиллированной водой. Операцию силиканизирования повторяют через каждые 2 недели непрерывной работы.

2.4.2. Отбор проб.

Отбор проб проводится в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов" (N 2051-79 от 21.08.79).

Отобранные пробы зерна подсушивают до стационарной влажности и хранят в сухом, хорошо вентилируемом помещении. Перед анализом пробы размалывают на лабораторной мельнице до размера частиц менее 1 мм.

Пробы зеленой массы замораживают и хранят в холодильнике при температуре ниже -5° С.

2.4.3. Подготовка пластинок к хроматографированию.

Пластинки "Силуфол" перед нанесением пробы промыть в камере ацетоном, давая растворителю подняться до верхнего края пластинки.Отметить край пластинки.Дать растворителю испариться с пластинки и подогреть ее 20 минут при 60° С. При хроматографировании линия старта должна быть со стороны

нижнего края пластинки.

2.5. Описание определения.

2.5.1. Экстракция.

Навеску измельченных зеленой массы и зерна - 10 г, или соломы - 5 г, или почвы - 25 г помещают в коническую колбу и заливают 120 мл дистиллированной воды с pH 6,0. Колбу встряхивают в течение 30 мин, затем экстракт фильтруют через фильтр легкофильтрующий. Экстракцию повторяют еще 2 раза, используя каждый раз по 100 мл воды и встряхивая по 10 минут.

После фильтрования экстракты объединяют, переносят в делительную воронку, подкисляют до pH 5,0 (0,1 н HCl) и реэкстрагируют трибенурон-метил трижды по 50 мл хлороформа. Объединяют хлороформный экстракт, концентрируют до объема 0,2-0,3 мл при температуре не выше 35° С.

Вода. 1 л воды помещают в делительную воронку, подкисляют до pH 5,0 и экстрагируют препарат трижды по 50 мл хлороформа. Объединяют хлороформ и концентрируют до объема 0,2-0,3 мл при температуре не выше 35° С.

2.5.2. Определение методом ГЖХ.

Удаляют остаток растворителя на воздухе. К сухому остатку пробы приливают 50 мкл трифторуксусного ангидрида и 10 мкл пиридина. Выдерживают приготовленный раствор в течение 30 мин, после чего добавляют 1 мл бензола и 5 мл дистиллированной воды, интенсивно встряхивают в течение 2 мин. После разделения фаз 5 мкл бензольного слоя вводят в хроматограф.

Условия хроматографирования.

Хроматограф с ДПР (Цвет, Газохром или др.)

Колонка стеклянная, длина 1 м d=3мм.

Носитель - хроматон N-AW (0,16-0,20 мм).

Неподвижная фаза - 5% ХЕ-60.

Температура: испарителя - 220° С, детектора - 220° С, колонки - 160° С.

Скорость газа-носителя - 55 мл/мин (через колонку);

-150 мл/мин (на продувку).

Вводимый объем - 5 мкл.

Время удерживания фторпроизводного трибенурон-метила - 2 мин 15 с.

Минимально детектируемое количество - 1нг.

Расчет концентрации трибенурон-метила в пробе мг/кг (мг/л) по формуле:

$$X=\frac{Hпр.Vст.Сст.V}{Hст.V_1.M},\text{где}$$

Сст- количество трибенурон-метила в стандартном растворе, мкг/мл;

Нст - высота пика стандарта, мм;

Нпр - высота пика анализируемой пробы, мм;

Vст - объем стандартного раствора, введенного в хроматограф, мкл;

V_1 - объем анализируемого раствора, введенного в хроматограф, мкл;

V - объем экстракта анализируемой пробы, мл;

М - навеска пробы, г.

2.5.3. Определение методом хроматографии в тонком слое.

На пластинку "Силуфол" с помощью капилляра или микропипетки количественно наносят сконцентрированную пробу так, чтобы диаметр пятна не превышал 1 см. Центр пятна должен быть на расстоянии 2 см от нижнего края пластинки. Справа и слева от пробы наносят стандартные растворы, содержащие 1, 2, 5, 10 мкг трибенурон-метила.

Пластинки с нанесенными растворами помещают в хроматографическую камеру, в которую за 30 мин до хроматографирования залита смесь бензол-ацетон 6:1. После поднятия фронта подвижного растворителя на 10 см, пластинку вынимают и оставляют на несколько минут на воздухе для испарения подвижного растворителя. После этого пластинку обрабатывают из пульверизатора раствором бромфенолового синего, а затем обесцвечивают 2% раствором лимонной кислоты.

Препарат проявляется в виде пятен синего цвета на желтом фоне.

Величина R_f 0,45± 0,05.

Количество препарата в пробе определяют сравнением интенсивности окраски и площади пятен и стандартного раствора.

Если содержание препарата в пробе превышает границы диапазона (10 мкг), то для нанесения на пластинку необходимо брать аликвотную часть пробы (0,1-0,2 мл) параллельной пробы.

Концентрацию трибенурон-метила вычисляют по формуле:

$$X=\frac{A}{P}, \text{где}$$

X - содержание трибенурон-метила в анализируемой пробе, мг/кг;

А - количество трибенурон-метила, найденное в хроматографируемой пробе, мкг;

Р - навеска анализируемой пробы, г.

3. Требования безопасности.

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

gost.e-ecolog.ru