МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по определению микроколичеств пестицидов в продуктах питания, кормах и внешней среде

Сборник № 25

Москва
1997 г.

gost.e-ecolog.ru

Министерство сельского хозяйства
и продовольствия
Российской Федерации

Государственная комиссия
по химическим средствам борьбы
с вредителями, болезнями растений и сорняками

Т О Д И Ч Е С К И Е У К А З А Н И Я

ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

Сборник № 25

Москва
Центр научно-технической информации,
пропаганды и рекламы
1997г.

Государственная комиссия по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками

Редакционная коллегия:
Калинин В.А. -к.с.н., профессор, зав.кафедры ТСХА; Пушкина Г.П. - к.б.н., Российский институт лекарственных культур; Борисов Г.С.- зав. КТЛ РРСТАЗР; Федорова Н.Е.- к.х.н., МНИИГ им.Эрисмана.

Настоящие методические указания предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и научно-исследовательских учреждений Минздрава РФ, а также ветеринарных, агрохимических, контрольно-токсикологических лабораторий Минсельхозпрода РФ и лабораторий других ведомств, занимающихся определением остаточных количеств пестицидов в продуктах питания, кормах и объектах окружающей среды.

Методические указания апробированы и рекомендованы в качестве официальных Группой экспертов при Госхимкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками.

Ответственный за выпуск - Орехов Д.А., председатель Госхимкомиссии тел. 207-63-90

Сборник подготовлен к изданию Российской республиканской станцией защиты растений Департамента химизации и защиты растений Минсельхозпрода РФ.

г.Раменское Московской обл., ул.Нефтегазосъемки 11/41 тел.(246) 3-09-52

Утверждено
Министерством здравоохранения СССР
"29" июля 1991 г.
№ 6179-91.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ N-ОКИСИ-2,6-ЛУТИДИНА В ВОДЕ, ПОЧВЕ, ЗЕЛЕНОЙ МАССЕ ЛЮЦЕРНЫ МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ.

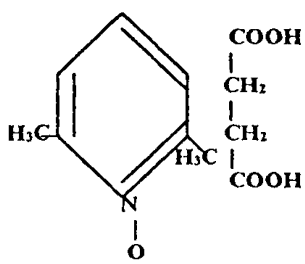
1. Краткая характеристика препарата.

Торговое название: Люцис.

Люцис - комплекс N- оксида-2,6-лутидина и янтарной кислоты с молибденовокислым аммонием-композиционная смесь в соотношении 99: 1 соответственно.

Производитель препарата: Молдова.

Структурная формула комплекса N - оксида-2,6-лутидина с янтарной кислотой:



М.м. 241,24.

Эмпирическая формула $C_{11}H_{15}NO_5$.

Содержание основного вещества - 99,8%.

Растворимость - легко растворим в воде, спирте.

Молибденовокислый аммоний по структурной формуле:

$(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$ М.м. 1236,0

Содержание основного вещества - 99,9%.

Растворимость - вода.

ОДК в почве 0,01 мг/кг, ПДК в воде водоемов - 0,05 мг/кг, МДУ в продуктах - не допускается.

Люцис рекомендован для применения в качестве регулятора роста растений путем опрыскивания.

Расход рабочего раствора 300 л/га, концентрация 0,001%.

Препарат устойчив в течение года при соблюдении условий хранения.

2. Методика определения остаточных количеств люциса в воде, почве, зеленой масе люцерны методом тонкослойной хроматографии.

Разработчики: Николаенко Т.К., Гиренко Д.Б., Шмигидина А.М., Рева Н.И., УкрНИИГИНТОКС, г. Киев.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Метод основан на получении N-окси-2,6-диметилпиридина, экстрагировании последнего бензолом и последующем определении методом тонкослойной хроматографии.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода.

Минимально детектируемое количество - 0,07 мкг.
Диапазон определяемых концентраций:

вода - 0,0006 - 0,05 мг/л
почва - 0,01 - 0,3 мг/кг
люцерна - 0,005 - 0,3 мг/кг.
Среднее значение определения:
вода - 83 - 98%
почва - 78 - 89%
люцерна - 90 - 95%.
Граница суммарной погрешности,%:
вода - ± 11,0
почва - ± 14,0
люцерна - ± 12,0.

2.2. Реактивы, растворы и материалы.

Бензол, ГОСТ 5955-75.
Бутанол-1, ГОСТ 6006-78.
Гидроксид калия СТЕВ 1439-78 (УССР).
Дистиллированная вода, ГОСТ 6709-72.
Соляная кислота, ГОСТ 3118-78.
Уксусная кислота, ГОСТ 61-75.
Этиловый спирт, ГОСТ 5962-67.
Алюминия окись.
Хроматографические пластинки "Силуфол" UV 254 ЧССР, размер 150х 150 и 200 х 200 мм.

2.3. Приборы, посуда и аппаратура.

Весы технические.
Весы аналитические 2 кл, ГОСТ 19401-74.
Колбы плоскодонные на 250 и 100 мл, ГОСТ 10054-75.
Колбы круглодонные на 250 и 100 мл, ГОСТ 9737-70.
Колбы остродонные на 50 мл, ГОСТ 23932-79.
Колбы мерные на 100 мл, ГОСТ 1770-74.
Колбы конические на 50 и 100 мл, ГОСТ 1770-74.
Пипетки мерные 8-2-1; 8-2-2; 8-2-5; 8-2-10, ГОСТ 20292-74.
Микропипетки на 0,1 мл, ГОСТ 20-292-74.
Микрошприц на 10 мкг и 1 мкг МШ-20.
Пробирки конические, градуированные на 5 мл, ГОСТ 1770-74.
Стеклянный фильтр ХУ-1 пор.41, ГОСТ 20292-74.
Вакуумный насос, ГОСТ 10696-75.
Колонка стеклянная, ГОСТ 23932-79.
Электроплитка, ТУ 92-275-76.
Аппарат для встряхивания АВУ-1, ТУ 64-1-1081-33, или аналогичный.

Хроматоскоп.
Камера для хроматографирования, ГОСТ 10565-75.
Воронки химические, ГОСТ 10396-65.
Ротационный испаритель ИР-1М, ТУ 23-11-317-33.
Чашки фарфоровые.
Водоструйный насос, ГОСТ 23932-79.

2.4. Отбор проб.

Пробы для анализа отбираются в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов", утвержденными Зам. Главного Государственного санитарного врача СССР от 21.08.79 за № 2051-79.

2.5. Подготовка к определению.

2.5.1. Подготовка пластинок и хроматографической камеры.

Подготовить пластинки "Силуфол" UV 254 размером 5 х 10.
Хроматографическую камеру за 1 час до начала хроматографирования заполнить подвижной фазой до уровня 0,5-0,7 см.

2.5.2. Приготовление стандартных растворов.

Стандартные растворы люциса в этиловом спирте. 0,1 г люциса переносят и растворяют этиловым спиртом в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$. Рабочие растворы готовят разбавлением полученного 0,1% раствора. На хроматограмму наносят: 0,001% (0,01 мг/мл) раствор - 0,1 мл (1 мкг); 0,01 мл (0,1 мкг), 0,0001% (0,001 мкг/л) раствор - 0,5 мл (0,5 мкг); 0,1 (0,1 мкг); 0,05 мл (0,05 мкг).
Растворы хранятся в холодильнике 5-7 дней.

2.6. Проведение определения.

2.6.1. Экстракция и очистка экстрактов.

2.6.1.1. Вода.

150-200 мл воды подщелачивают гидроксидом калия (натрия) до pH 7,5-8. Переносят в делительную воронку через бумажный фильтр. Смывают колбу и одновременно фильтр водой (2 раза по 2 мл). Экстрагируют бензолом (3 раза по 10 мл). Фильтруют бензольный раствор через окись алюминия (колонка 50 х 15 мм), промывают колонку 2 мл бензола. Объединяют с фильтратом и упаривают в остродонной колбе до объема 0,2-0,3 мл. Остаток количественно наносят на хроматографическую пластинку. Рядом наносят такие же объемы стандартных растворов, содержащие 0,05-0,2 мкг люциса.

2.6.1.2. Почва.

20-25 г почвы помещают в коническую колбу, заливают 50-60 мл подщелоченной дистиллированной водой (pH 7,5-8,0), встряхивают несколько минут и оставляют на 16-18 часов (на ночь). Экстракт отфильтровывают через бумажный фильтр, промывают почву водой по10 мл 2 раза, объединяют с экстрактом, переносят в делительную воронку через воронку с бумажным фильтром, смывая колбу и воронку 2 мл воды, и экстрагируют люцис бензолом (3 раза по 5 мл). Экстракт фильтруют через окись алюминия и переносят в остродонную колбу. Упаривают до объема 0,2-0,3 мл. Остаток количественно наносят на хроматографическую пластинку. Рядом наносят стандартные растворы.

2.6.1.3. Растения люцерны.

20 г образца измельчают, переносят в коническую колбу и заливают 100 мл подщелоченной воды. Встряхивают в течение 1 часа, фильтруют и проводят определение как в почве.

2.6.2. Условия хроматографирования.

Пластинку с нанесенными анализируемыми пробами и стандартными растворами помещают в хроматографическую камеру с подвижной фазой, в качестве которой служит смесь бутанол-1: уксусная кислота и вода (7:3:1). Когда растворитель поднимется на 5 см, пластинку вынимают и помещают на водяную баню на 1 час до удаления запаха кислоты, сушат на воздухе. После удаления растворителя просматривают пластинку под хроматоскопом. Люцис обнаруживается в виде фиолетового пятна на светлом фоне R_f=0,48.

2.7. Обработка результатов анализа.

Количественное определение люциса проводят сравнением размеров пятен хроматографируемой пробы и стандартных растворов. Для расчета содержания люциса в анализируемой пробе выбирают пятно стандарта, наиболее близкое по размерам к пятну пробы.

Содержание препарата в пробе, мг/кг расчитывают по формуле:

$$X = \frac{A \cdot S_2 \cdot 1000}{S_1 \cdot P}$$

где:

A - содержание препарата в стандарте, мкг;

S_1 - площадь пятна стандарта, мм^2 ;

S_2 - площадь пятна пробы, мм^2 ;

P - масса пробы, взятой на анализ, г.

3. Требования безопасности.

Соблюдаются требования безопасности, рекомендуемые для работы с химическими реактивами и пестицидами.

Алфавитный указатель

	стр.
1. 2-Амино-4,6-диметил-1,3-пиримидин	- 9
2. 2-Амино-4-диметиламино-6-хлор-1,3,5-триазин	- 16,21
3. 2-Метил-4-диметиламинометил-бензимидазол-5-ол-дигидрохлорид	- 5
4. 2-Метоксикарбонил-N-(4,6-диметил-1,3-пиримидин-2ил)-аминокарбонил-бензолсульфамид	- 45
5. 2-Метоксикарбонил-N-(4,6-диметил-1,3-пиримидин-2ил)-аминокарбонил-бензолсульфамид калиевая соль	- 45
6. 5-окси-1,3-бензоксатиолон -2	- 65
7. N - (4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2ил)-N' -(2,5-диметилфенил)сульфонилмочевина	- 70
8. N-оксид-2,6-лутидина и янтарной кислоты комплекс	- 36,40
9. Амбиол	- 5
10. Аминопиримидин	- 9
11. Аминофумаровой кислоты диметиловый эфир	- 27
12. Анкор-5	- 45
13. Анкор-85	- 45
14.Грамекс,метаболит и полупродукт синтеза	- 16,21
15. Дигидроаспарагиновой кислоты диметиловый эфир	- 27
16. Диниконазол	- 33
17.1-Карбамоил-3(5)-метилпиразол	- 51
18. Каскад	- 73
19. Ленок	- 80,87
20. Люцис	- 36,40
21. ММП	- 51
22. Номолт	- 61
23. Павстим	- 54
24. Препарат-1	- 80,87
25. Соналан	- 97
26. Спайк	- 57
27. Суми-8	- 33
28. Тебутиурон	- 57
29. Тефлубензурон	- 61
30. Тиолон	- 65
31. Утнур	- 70
32. Флуфеноксурон	- 73
33. Фосфитов смесь	- 77
34. Фумар	- 27
35. Хардин	- 80,87
36. Хлорсульфурона калиевая соль	- 80,87
37. Экостим	- 94
38. Эталфлуралин	- 97
39. Эфаль-М,промежуточные продукты синтеза	- 77

gost.e-ecolog.ru