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 № 22
Часть 1-ая

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

gost.e-ecolog.ru

УТВЕРЖДЕНО

МИНИСТЕРСТВОМ ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

" 29 " июля 1991 г.

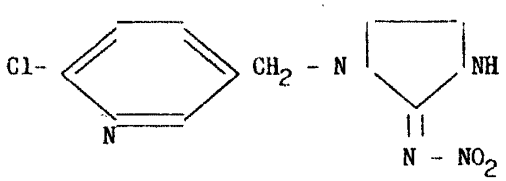
№ 6154-91

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ИМИДОКЛОПРИДА В ВОДЕ, ПОЧВЕ, САХАРНОЙ СВЕКЛЕ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИЕЙ

1. Краткая характеристика препарата

Действующее вещество имидоклоприда -1- [6-хлоро-3-пиридинил/метил]-4, дигидро-N-нитро-1н-имидазол-2-амин.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_9H_{10}ClN_5O_2$

Молекулярная масса - 255,6

Химически чистое соединение - белое кристаллическое вещество без запаха.

Препарат растворим /20°С/ в воде - 0,58 г/л, гексане -0,1 г/л, дихлорметане 81 г/л, 2- пропаноле-1,6 г/л, толуоле - 0,94 г/л.

ПДК в воде - 0,005 мг/л, ОДК в почве - 0,04 мг/кг, МДУ в сахарной свекле - не допускается.

2. Методика определения имидоклоприда в воде, почве, сахарной свекле.

Разработчики: Готлиб В.И., Рижский Мединститут.

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Методика основана на определении имидоклоприда в воде, почве, сахарной свекле тонкослойной хроматографией после экстракции препарата из проб хлороформом и очистки экстракта.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода

Предел обнаружения - 0,5 мкг.

Нижний предел определения:

вода - 0,001 мг/л

почва - 0,005 мг/кг

сахарная свекла - 0,01 мг/кг

Среднее значение определения:

вода: - 99,5%

почва - 90%

сахарная свекла - 95,0%

Суммарная погрешность определения - $\pm$11-12%

2.2. Реактивы и материалы

Имидоклоприд, 99,5% препарат, фирма "Bayer".

Хлороформ, ч, ГОСТ 20015-74.

о-Толидин, ТУ 6-09-2232-75.

Ацетон, чда, ГОСТ 2603-79.

Гексан, хч, ТУ-6-09-3375-78.

Бензол, хч, ГОСТ 5965-75.

Натрий сернокислый безводный, чда, ГОСТ 4266-76.

Вода дистиллированная, ГОСТ 7602-72.

Пластины "Силуфол" /ЧССР/.

Фильтры бумажные, "красная лента"

ТУ 6-09-1678-77, диаметр 6,0-9,0 мм.

Вата гигроскопическая.

Уксусная кислота, чда, ГОСТ 61-75.

Калий иодистый, чда, ГОСТ 4232-74.

2.3. Приборы, посуда

Весы аналитические, ВЛА-200, ГОСТ 19491-74.

Аспирационное устройство ТУ 64-1-862-77.

Испаритель ротационный ИР-1М, ТУ 25-11-917-74.

Холодильник бытовой.

Шкаф электрический сушильный, ТУ 64-1-1411-72.

Баня водяная, ТУ 64-1-2850-76.

Вакуумный водоструйный насос, ГОСТ 25336-82.

Колбы грушевидные, вместимостью 50-100 мл /для отгонки растворителя/, ГОСТ 25336-82.

Холодильник, ГОСТ 25336-82.

Колбы мерные, цилиндры мерные пробирки, ГОСТ 1770-74.

Колбы конические плоскодонные, ГОСТ 25336-82.

Воронки лабораторные, диаметр 56 мл, ГОСТ 25336-82.

Пипетки на 1,5; 10,0 мл, ГОСТ 20292-74.

Воронки делительные на 250 мл, ГОСТ 25336-82.

Микропипетки на 0,1; 0,2 мл, ГОСТ 20292-74.

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 25336-82.

Скальпель.

Камера для хроматографирования, ГОСТ 25336-82.

Камера для опрыскивания пластинок, ГОСТ 25336-82.

Секундомер, ГОСТ 5072-79.

Лампа ртутно-кварцевая ПРК-4, ТУ 536-280-74.

2.4. Подготовка к определению

2.4.1. Отбор и подготовка проб

Отбор проб проводят в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов", утвержденными заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР 21.08.79г. № 2051-79.

2.4.2. Приготовление стандартного, рабочих растворов имидоклоприда.

Стандартный раствор имидоклоприда с концентрацией 100 мкг/мл готовят растворением соответствующей навески препарата /10,0мг/ в ацетоне в мерной колбе на 100 мл. Раствор хранят в холодильнике.Годен к употреблению в течение 30 дней.

Рабочие растворы имидоклоприда с концентрацией 2,5; 5,0; 10,0; 20,0 мкг/мл готовят в градуированных пробирках, вместимостью 10 мл соответствующим разбавлением ацетоном стандартного раствора.

Хранят рабочие растворы имидоклоприда в холодильнике. Годен к употреблению в течение 3-5 дней.

2.4.3.Проявляющий реактив

Готовят раствор о-толидина /16г/ в 30 мл уксусной кислоты, доводят до 500 мл дистилированной водой и прибавляют 1 г иодида калия. После опрыскивания пластинку следует обдучать УФ-светом.

2.4.4 Приготовление пластин "Силуфол".

Пластинку "Силуфол" помещают в хроматографическую камеру, содержащую смесь растворителей ацетон, 25%-ный аммиак в соотношении 7:3 /об/об/. Глубина погружения пластинки в растворитель составляет 0,5 см. После подье фронта растворителя до верхнего края пластинки ее вынимают из камеры и выдерживают на воздухе до испарения растворителей. После этого пластинка готова к употреблению. Хранят подготовленные пластинки в эксикаторе.

2.5. Проведение определения

2.5.1. Экстракция и очистка

Вода.Пробу воды /500 мл/ фильтруют от механических примесей. Имидоклоприд экстрагируют хлороформом по 15-20 мл три раза.

Обьединенный хлороформный экстракт пропускают через слой безводного сульфата натрия и упаривают на ротационном испарителе при $t=55^{o}C$ досуха.

Почва.Пробу воздушно-сухой почвы просеивают через сито. Для анализа берут 100 г почвы. Экстракцию проводят хлороформом 3 раза по 50 мл. Обьединенный хлороформный экстракт фильтруют через плотный двойной бумажный

фильтр, пропускают через безводный сульфат натрия и упаривают на ротационном испарителе при t=55° С досуха.

Сахарная свекла. 50-100 г навески измельчают. Экстрагируют хлороформом 3 раза по 30-50 мл. Обьединенный хлороформный экстракт фильтруют через плотный бумажный фильтр, пропускают через слой безводного сульфата натрия и упаривают на ротационном испарителе при t°С=55,6° досуха.

2.5.2. Хроматографирование

Сухой остаток в колбе растворяют в 1 мл ацетоне, закрывают колбу герметичной пробкой, перемешивают содержимое и 0,2 мл полученного раствора наносят микропипеткой на подготовленную пластинку "силуфол". Рядом с пробой наносят по 0,2 мл каждого рабочего раствора имидоклоприда, что соответствует содержанию в пятне 0,5; 1,0; 2,0 мкг препарата.

Пластинку помещают в хроматографическую камеру, куда за 10-15 мин до хроматографирования наливают смесь растворителей бензол-ацетон /1:1/- смесь № 1 либо гексан-ацетон /1:1/ смесь № 2 в таком количестве, чтобы глубина погружения пластинки в растворитель составила 0,5 см. После подъема фронта растворителя от линии старта на высоту 10 см хроматографирование прекращают. Пластинку выдерживают в вытяжном шкафу до испарения растворителей, обрабатывают проявляющим реагентом и подвергают УФ- облучению в течение 1-5 мин. Пластинку помещают на расстояние 20 см от источника света. При наличии имидоклоприда на хроматограмме проявляются пятна синего цвета. Величина R_f имидоклоприда в указанных подвижных растворителях следующая:

бензол-ацетон /1:1/ - $0,6^{+}0,02$;

гексан-ацетон /1:1/ - $0,5^{+}0,02$.

Минимально-детектируемое количество имидоклоприда - 0,5 мкг.

2.5.3. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят путем сравнения площади и интенсивности пятен пробы и стандартных растворов.

Концентрацию имидоклоприда /X/ в воде /мг/л/ почве, сахарной свекле /мг/кг/ вычисляют по формуле:

$$X = \frac{A \cdot V}{P \cdot V_1}$$, где

A - количество имидоклоприда, найденное путем сравнения со стандартами, мкг;

P - навеска /объем/ исследуемой пробы, г,л;

V - конечный объем экстракта пробы, мл;

V_1 - хроматографируемый объем пробы, мл.

3. Требования безопасности

Соблюдать все необходимые требования безопасности при работе в химических лабораториях. При работе с ядовитыми и взрывчатыми веществами реакции следует проводить только в вытяжном шкафу, строго соблюдая правила производственной санитарии и личной гигиены.

gost.e-ecolog.ru