ГОСКОМИССИЯ ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ, БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ ПРИ МИНСЕЛЬХОЗЕ СССР

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

ЧАСТЬ XIУ-я

Москва - 1984

gost.e-ecolog.ru

Настоящие методические указания предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и научно-исследовательских учреждений Минздрава СССР, а также ветеринарных, агрохимических, контрольно-токсикологических лабораторий Минсельхоза СССР и лабораторий других Министерств и ведомств, занимающихся анализом остаточных количеств пестицидов и биопрепаратов в продуктах питания, кормах и внешней среде.

Срок действия временных методических указаний устанавливается до утверждения гигиенических регламентов.

Методические указания апробированы и рекомендованы в качестве официальных группой экспертов при Госкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками при МСХ СССР.

Методические указания согласованы и одобрены отделом перспективного планирования санэпидслужбы ИМПиТМ им. Марциновского Е.И. и лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

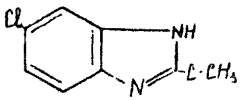
РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ :

Л.Г. Александрова, Д.В. Гиренко, А.А.Калинина (секретарь), М.А. Клисенко (председатель), Г.И. Короткова, Г.А. Хохолькова (зам. председателя), В.Е. Кривенчук.

"УТВЕРЖДАЮ"
Заместитель Главного Государственного санитарного врача СССР
_____ (А.И.ЗАЙЧЕНКО)
"22" октября 1981 г.
№ 2471-81

ВРЕМЕННЫЕ
МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ РОЗАЛИНА В РАСТИТЕЛЬНЫХ ОБЪЕКТАХ, ВОДЕ И ПОЧВЕ ХРОМАТО-СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ.

I. Краткая характеристика препарата



$C_8H_7N_2Cl$
М.М. 166,5

5-хлор-2 метил-бензимидазола - порошок белого цвета с кремоватым оттенком с температурой плавления 204-206°С. Хорошо растворяется в этиловом, метиловом спиртах, этилацетате, ацетоне, хлороформе, растворим в горячей воде, нерастворим в бензоле.

Розалин - гербицид избирательного действия против однолетних сорняков на посевах хлопчатника. $ЛД_{50}$ для крыс составляет 600 мг/кг.

2. Методика определения розалина в растительных объектах, в воде и почве.

2.I. Основные положения.

2.I.I. Принцип метода.

Метод основан на хроматографировании розалина в тонком слое силикагеля в системе: бензол-ацетон (2:3) с проявлением зоны локализации препарата на пластинке 0,05% раствором азотнокислого серебра. Количественное определение проводят измерением оптической плотности этанольного элюата на спектрофотометре СФ-I6 при длине волны 246 нм в кюветах толщиной слоя I см. Чувствительность определения I мкг в анализируемой пробе.

2.I.2. Метрологическая характеристика.

Диапазон определяемых концентраций:

растительный объект – 0,05–I,0 мг/кг;
вода – 0,0I–I,0 мг/л;
почва – 0,02–I,0 мг/кг

Предел обнаружения:

растительный объект – 0,05 мг/кг;
вода – 0,0I мг/л;
почва – 0,02 мг/кг

Число параллельных определений:

растительный объект – 5;
вода – 5;
почва – 5

Среднее значение определений:

растительный объект - 92,3%;
вода - 91,8%;
почва - 91,6%

Стандартное отклонение:

растительный объект - 0,011;
вода - 0,0204;
почва - 0,013

Относительное стандартное отклонение:

растительный объект - 0,327;
вода - 0,0394;
почва - 0,072

Доверительный интервал среднего при P=0,95 и n =5, в %

растительный объект - 2,5-3,10;
вода - 2,5-3,80;
почва - 1,8-4,12

2.1.3. Избирательность метода.

Определению не мешают ГХЦГ, ДДЕ, ДДД, ДДТ, рогор, антио, базудин.

2.2. Реактивы и растворы.

Стандартные растворы розалина, [illegible] х.ч., содержащие 100 мкг/мл хлороформа и спирте. 10 мг розалина растворяют в хлороформе, в мерной колбе на 100 мл и доводят до метки. Раствор устойчив в течение 3-х месяцев при хранении на холоду. Точно также готовят стандартный раствор розалина в спирте.

Ацетон, х.ч., ГОСТ 2603-79

Бензол, х.ч., ГОСТ 5955-75

Гексан, ч., ТУ 6-09-3375-73

Натрий сернокислый, х.ч., ГОСТ 4166-76

Окись алюминия, ч.д.а., МРТУ 6-09-2046-64

Йод кристаллический, ч.д.а., ГОСТ 4159-79

Хлороформ, х.ч., ТУ 6-09-4263-76

Этиловый спирт ректификат, ТУ 6-09-4512-77

Серебро азотнокислое, х.ч., ГОСТ 1277-75, 0,5% водно-ацетоновый раствор (1 ч. воды и 3 ч. ацетона).

Бромфеноловый синий, ч.д.а., ТУ 6-09-1058-76, 0,05 гр. растворяют в 10 мл ацетона (последний разбавляют раствором азотнокислого серебра до объёма 100 мл).

Лимонная кислота, х.ч., ГОСТ 3652-69, 2%-ный водный раствор

Вата обезжиренная

Эфир диэтиловый, ГОСТ 6266-52

2.3. Приборы и посуда.

Спектрофотометр СФ-4А или СФ-16

Пластинки хроматографические марки "Silufol UV -254"

Делительные воронки на 500 и 250 мл

Мерные колбы на 100 и 25 мл, ГОСТ 1770-74

Пипетки, ГОСТ 20292-74

Камера для хроматографирования

Колонка хроматографическая, стеклянная

Пульверизаторы стеклянные

Прибор для отгонки растворителя

Баня водяная

Эксикатор для йодной камеры

Шприцы комбинированные, ТУ 64-I-378-73

2.4. Отбор, хранение и доставка проб.

2.4.I. Отбор проб проводится в соответствии с унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов, утвержденных заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР 2I.08.79 г. за №205I-79.

2.5. Проведение определения.

2.5.I. Условия экстракции и очистки.

Вода. I00 мл воды помещают в делительную воронку, заливают 30 мл хлороформа и экстрагируют I0 мин. Экстракцию повторяют с 30 и 20 мл хлороформа. Объединенные экстракты сушат безводным сернокислым натрием (I0гр) в течение 5 мин., далее экстракт переносят в колбу для отгонки растворителя. Растворитель упаривают почти досуха (остаток в колбе 0,2-0,3 мл, испаряют при обычной температуре).

Почва. К 50 гр. увлажненной навески приливают 40 мл хлороформа, перемешивают 30 мин. на аппарате для встряхивания. Экстракцию повторяют с 30 мл хлороформа дважды. Объединенные экстракты фильтруют через бумажный фильтр. Сушат безводным сернокислым натрием (I0 гр) 5 мин. Экстракт количественно переносят в колбу для отгонки растворителя и упаривают почти досуха.

Растительный материал. 20 гр. воздушно-сухого измельченного растительного материала (листья, стебли хлопчатника, надземная часть люцерны) помещают в колбу на 500 мл, заливают 200 мл дистиллированной воды и кипятят в течение 30 мин. Гомогенат

фильтруют в горячем виде, остаток на фильтре промывают несколькими порциями горячей дистиллированной воды. Фильтраты объединяют, количественно переносят в делительную воронку ёмкостью 500 мл и экстрагируют хлороформом по 30 мл трижды. Экстракты объединяют и очищают от коэкстрактивных веществ, пропуская его через хроматографическую колонку, заполненную обезжиренной ватой (2 см), окисью алюминия (5–6 см) и безводным сернокислым натрием (5–6 см). Колонку перед тем как пропустить пробу, промывают хлороформом. Растворитель упаривают почти досуха.

2.5.2. Хроматографирование.

Сухой остаток в колбе после упаривания растворяют в 0,3–0,5 мл хлороформа. Пробу при помощи туберкулинового шприца количественно наносят на середину хроматографической пластинки так, чтобы диаметр пятна не превышал 1 см. Колбу дважды промывают небольшими порциями (0,4 мл) хлороформа, которые также наносят в ту же точку. На соседние полосы наносят стандартный раствор розалина, содержащий 2 и 5 мкг препарата. Пластинку с нанесенными пробами и стандартами помещают в камеру для хроматографирования, предварительно насыщенную в течение 30 мин. бензол-ацетоном в соотношении 2:3. Край пластинки погружают в растворитель не более, чем на 0,5 см. После поднятия фронта растворителя на высоту 10 см, пластинку вынимают из камеры и оставляют на воздухе до полного испарения растворителей. Затем пластинку опрыскивают проявляющей смесью 0,05% бромфенолового синего в ацетоне и 0,5% азотнокислого серебра. После того как пластинка подсохнет, её орошают лимонной кислотой для закрепления окраски пятна. На темном фоне пластинки проявляются синие пятна роза-

лина с R_f =0,56±0,05.

2.5.3. Альтернативные условия хроматографирования.

Содержимое колбы после отгонки растворителя при определении розалина в воде, почве и растительном материале растворяют в 0,2 мл хлороформа. Пластинку делят по длине на три параллельные полосы. На первую и вторую полосу наносят в виде сплошной линии раствор экстрактов. Стенки колбы ополаскивают небольшими порциями хлороформа и наносят на те же полосы. На третью полосу наносят стандартный раствор розалина, содержащий 10 мкг препарата. Пластинку помещают в камеру, куда за 20–30 мин. до хроматографирования наливают смесь растворителей: спирт-гексан в соотношении 1:1. Как только фронт растворителя достигнет высоты 10 см, пластинку вынимают из камеры и после удаления запаха растворителей первую и вторую полосу закрывают стеклом и пластинку помещают в йодную камеру на 5–10 мин. Розалин обнаруживают на третьей полосе по темно-коричневому пятну на желтом фоне R_f = 0,60±0,07. По проявленной зоне отмечают участки силикагеля на первой и второй полосах и переносят зоны розалина в колбу ёмкостью 100 мл. Элюируют 10 мл этилового спирта встряхиванием в течение 30 мин. Соответственно элюируют и зону чистого силикагеля и измеряют оптическую плотность элюатов при 246 нм.

Количество розалина определяют по калибровочному графику или сравнением оптических плотностей стандартного и испытуемого растворов. Для построения калибровочного графика в мерных колбах готовят стандартные растворы 5-хлор-2 метил-бензимидазола с концентрацией 1, 2, 5, 10, 15, 20 мкг/мл. Измеряют оптические плотности растворов при 246 нм и строят калибровочный

график $Д = f(c)$, где с - концентрация розалина.

2.5.4. Обработка результатов анализа.

Количественное определение розалина в анализируемой пробе проводится визуально по интенсивности окрашивания пятен на хроматограмме и по площади пятен стандартных растворов и проб.

Концентрацию розалина (Х) в воде, почве и растительном материале по формуле

$$X = \frac{A \cdot S_2}{B \cdot S_I},$$ где:

Х - содержание препарата в пробе, мг/кг или мг/л;

А - количество препарата, найденное путём визуального сравнения размера и интенсивности пятен пробы и стандартных растворов, мкг;

В - содержание препарата в стандартном растворе, мкг;

S_2 - площадь пятна пробы, мм^2;

S_I - площадь пятен стандартного раствора, мм^2.

При спектрофотометрическом определении содержание розалина в пробе вычисляют по формуле

$$X = \frac{A \cdot B}{C \cdot P},$$ где:

Х - содержание розалина в анализируемой пробе, мг/кг или мг/л;

А - количество розалина, найденное по калибровочному графику, мкг;

В - общий объём экстракта, мл;

С - объём раствора, нанесенный на хроматограмму, мл;

Р - масса анализируемой пробы, г.

Приложение

Метрологическая характеристика метода определения розалина в растительном материале, воде и почве

Объект	Используемая концентрация	Точность определения р %	C	S	S_2	ΔS
Растительный материал	0,95	95	0,0475	0,0025	0,053	0,0032
	0,015	96	0,0144	0,011	0,821	0,0148
	0,24	86	0,206	0,022	0,1092	0,028
В о д а	0,15	95,5	0,143	0,0046	0,032	0,0058
	0,4	92	0,368	0,0274	0,074	0,348
	0,3	88	0,264	0,029	0,112	0,037
П о ч в а	0,10	92	0,092	0,0061	0,0665	0,0076
	0,24	96	0,228	0,0093	0,041	0,0117
	0,3	88	0,264	0,0296	0,112	0,0371

3. Требования безопасности.

Соблюдать общие правила по технике безопасности, необходимые при работе с химическими реактивами и пестицидами.

4. Разработчики.

Методические рекомендации подготовлены:
сотрудниками УзНИИСПЗ Маджидовым У.А., Чола В.Д.
и института химии растительных веществ АН УзССР Хакимовой Н.К., Абдуллаевым Ш., Шакировым Т.Т.

С О Д Е Р Ж А Н И Е

I. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ:

	стр.
Агелона и ситрина	3
Актеллика и примипида	8
Алара	I3
Бензоилпропэтила и этилового эфира N-3,4- дихлорфенилаланина	I7
Беномила и БМК	22
Бентазона	30
Биоресметрина	35
Болстара	40
Бронокота	48
Бутилкаптакса	52
Бутокарбоксима	59
Гидрела	63
ГМК-Na	66
Даконила	70
Диазинона, эптама, гамма-изомера ГХЦГ, фенмедедифама, ленацила, фосфамида и пиразона	77
Дигидрела	89
Диквата	93
Зоокумарина	97
Карбофурана	I00
Крочетона	I04
Менида и 3-хлор-4-метиланилина	I08
Метазина и компонентов гербицидной смеси "карагард"	II3
Митака	II8
Офунака	I24
Пиктрана	I28
Ратиндана	I32
Раундана	I38
Ровраля	I43
Розалина	I48
Синтетических пиретроидов (амбуш, децис, рипкорд, сумицидин)	I54
Стомпа	I6I

стр.

Сумилекса 166
Томилона 173
Триморфамида 180
Фекама-трибуфона 186
Фталана 192
Препарата 242 и металлилхлорида (МХ) 200
Хостаквика 206
Эдила 210

II. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

Хлорорганические пестициды

Методические указания по определению остаточных количеств гексахлорана (линдана) в сушеном картофеле полярографическим методом 218

Фосфорорганические пестициды

Методические указания по определению дифоса (абата) в продуктах животного происхождения методом тонкослойной хроматографии 218

Методические указания по определению метафоса, фосфамида и хлорофоса в сушеных овощах и плодах (картофель, морковь, петрушка, яблоки, груши, слива) методами тонкослойной и газо-жидкостной хроматографии 223

Временные методические указания по определению метилнитрофоса, фенитрооксона и п-нитрокрезола в лесной растительности и почве тонкослойной хроматографией 241

Методические указания по определению трихлорметафоса-3 и его метаболитов в биоматериале методом газо-жидкостной хроматографии 252

Азотосодержащие пестициды

стр.

Методические указания по хроматографическому определению буторакбокоима в почве, воде и растительном материале 260

Методические указания по определению ,ІМК-Na, гидрела, дигидрела методом спектрофотометрии в воде, растительном материале (томаты, блоки, свекла). . 267

Временные методические указания по определению лонтрела в воде, почве и растениях методом газо-жидкостной хроматографии 275

Временные методические указания по определению паарлана методом газо-жидкостной хроматографии в почве, табаке и в табачном дыме 285

Временные методические указания по определению розалина в растительных объектах, воде и почве хромато-спектрофотометрическим методом 296

Методические указания по определению трефлана в воде, почве, томатах и капусте методом УФ-спектрофотометрии с использованием тонкослойной хроматографии 305

Методические указания по фотометрическому определению эдила в воде, растительном масле, семенах подсолнечника, траве 311

Методические указания по определению остаточных количеств цинеба в сушеных овощах и плодах фотометрическим методом 317

Биопрепараты

Временные методические указания по определению остаточных количеств препарата вирин-диприона на растительных объектах ИФ-методом 325

Временные методические указания по определению остаточных количеств биопрепарата вирин-КШ на растительных объектах иммуно-флюоресцентным методом. .331

gost.e-ecolog.ru