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

Данные методики апробированы и рекомендованы
в качестве официальных Группой экспертов при Госкомиссии,
болезнями растений и сорняками

Москва — 1987 г.

gost.e-ecolog.ru

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

Данные методики апробированы и рекомендованы
в качестве официальных Группой экспертов при
Госкомиссии, болезнями растений и сорняками

Москва- 1987 г.

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

Срок действия временных методических указаний устанавливается до утверждения гигиенических нормативов.

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

Методические указания согласованы и одобрены Лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

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

УТВЕРЖДАЮ:

Зам. Главного Государственного санитарного врача СССР

А.И.ЗАИЧЕНКО

" 27 " апреля 1984 г.

№ 3010-84

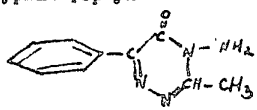
Временные методические указания по определению голтикса в воде, почве и растениях методом тонкослойной хроматографии.

I. Характеристика анализируемого пестицида.

Голтикс (метамитрон) - гербицид, рекомендуемый фирмой Байер (ФРГ) для прополки посевов сахарной, кормовой и столовой свеклы. Эффективен в до- и послевсходовый период против двудольных и некоторых злаковых сорняков.

Химическое название: 3-метил-4-амино-6-фенил-I,2,4-триазин-5-(4Н)-он.

Структурная формула:



Молекулярная масса 202, температура плавления I66,6°С. Растворимость в %: вода - 0,I8; метиленхлорид, циклогексан - I - 5; изопропанол, толуол - до I. Давление паров I х $I0^{-5}$ мм рт.ст. (при 20 - 70°С).

Малотоксичен для теплокровных ($ЛД_{50}$ для крыс 3333мг/кг).

2. Описание методики определения голтикса в воде, почве и растениях.

2.I. Основные положения.

2.I.I. Принцип метода.

Методика основана на тонкослойнохроматографическом определении голтикса после экстракции его из пробы органическим растворителем и очистки экстракта путем перераспределения между двумя несмешивающимися фазами.

2.I.2. Метрологическая характеристика метода.

Нижний предел детектирования - 0,2 мкг. Чувствительность определения: вода - 0,05 - 0,I мг/л; почва - 0,I - 0,2 мг/кг; корни свеклы - 0,I мг/кг. Среднее значение определения стандартных растворов гербицида: вода - 82,5%; почва - 80%; корни свеклы - 70,2%. Стандартное отклонение: 5,0% (вода); 8,5% (почва); 6,4% (корни свеклы). Относительное стандартное отклонение: 0,06 (вода); 0,II (почва); 0,09 (корни свеклы).

Определению голтикса не мешают бетанал, ленацил, пирамин, ТХА, метафос.

2.2. Реактивы и растворы.

Ацетон (CH_3COOCH_3), ГОСТ 2603-79, чда.

Гексан (C_6H_{14}), ТУ 6-09-3375-78, хч.

Этилацетат ($CH_3COOC_2H_5$), ГОСТ 22300-76, хч.

Хлороформ ($CHCl_3$), медицинский.

Бензол (C_6H_6), ГОСТ 5955-78, чда.

Этанол (C_2H_5OH), ректификат, ГОСТ 5962-81.

Кислота серная (H_2SO_4), ГОСТ 4204-77, чда.

Натрий сернокислый, безводный (Na_2SO_4), хч. ГОСТ 4166-76

Стандартные растворы голтикса в гексане, содержащие I0, 50 и I00 мкг/мл препарата. Стандартные растворы хранятся в темном прохладном месте в течение двух месяцев без заметного

разложения.

Проявляющий реактив: 2%-ный водный раствор азотнокислого серебра.

2.3. Посуда и приборы.

Аппарат для встряхивания АВУ-I, ТУ 64-I-I08I-73.

Микроизмельчитель тканей РТ-2, ТУ 64. I-I505-83.

Испаритель ротационный ИР-IМ, ТУ 25-II-9I7-74.

Источник УФ-света (лампа типа ПРК-4).

Хроматоскоп,

Сито металлическое с диаметром отверстий I мм.,

Водоструйный насос КМ I230, ТУ 64-I-86I-72.

Воронки делительные ВД-3-500, ГОСТ 86I3-75.

Колбы Кн КШ-500-29/32 ТС, ГОСТ I0394-72.

Колбы остродонные ОКШ-50-I4/23 ТС, ГОСТ I0394-72.

Колбы мерные, ГОСТ I770-74, I00 мл.

Микропипетки на 0,I мл.

Пластины для тонкослойной хроматографии Silufol

2.4. Подготовка к определению.

2.4.I. Отбор и подготовка проб.

Отбор проб на анализ проводят в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов" № 205I-79.

Для анализа воды отбирают средний образец не менее I - 2 л, при необходимости фильтруют.

Средний образец почвы (I - 2 кг) сушат до воздушно-сухого состояния, растирают, просеивают через сито.

Из среднего образца корней свеклы вырезают полоски в продольном направлении и измельчают ножом.

2.5. Проведение определения.

2.5.1. Экстракция.

Вода. 20 - 50 мл воды трижды экстрагируют этилацетатом порциями по 20 - 50 мл. Органический растворитель пропускают через фильтр со слоем безводного сернокислого натрия и упаривают досуха на ротационном испарителе при температуре не выше 40°С.

Почва. 20 г почвы встряхивают в течение 60 мин. со 100 мл смеси ацетона и воды (I : 3 по объему). Экстракт фильтруют через бумажный фильтр, остаток дважды встряхивают с водным ацетоном в течение 10 мин. Экстракты объединяют и реэкстрагируют этилацетатом 3 х 50 мл, встряхивая каждый раз в течение 2 мин. Этилацетат осушают безводным сернокислым натрием и упаривают досуха.

Корни свеклы. 20 г пробы гомогенизируют со 50 мл смеси ацетон - вода (I : 3) в микроизмельчителе тканей в течение 2 мин. Растворитель декантируют и фильтруют через слой ваты, твердый остаток повторно гомогенизируют 2 мин. с водным ацетоном и фильтруют через слой ваты. Дальше поступают как при анализе почвы. Чтобы предотвратить образование стойкой эмульсии встряхивание с этилацетатом (особенно первые два раза) необходимо проводить осторожно.

2.5.2. Хроматографирование.

Сухие остатки растворяют в 2 мл гексана, растворитель упаривают до 0,5 - 1 мл под струей холодного воздуха (точный

объем экстракта замеряют пипеткой) и аликвоту (0,05 - 0,1 мл) переносят в одно пятно на пластину. Рядом наносят стандартные растворы, содержащие 1, 5 и 10 мкг голтикса. Пластину хроматографируют в любой из трех систем подвижных растворителей / в скобках указан R_f голтикса/:

1. Бензол - ацетон 2 : 1 (0,5)
2. Хлороформ - ацетон 2 : 1 (0,5)
3. Хлороформ - этанол 9 : 1 (0,45) /.

После хроматографирования пластину подсушивают до полного улетучивания органических растворителей, затем просматривают под хроматоскопом. Голтикс обнаруживается в виде темно-синих пятен на желтом флуоресцирующем фоне.

В качестве проявляющего реактива используют также 2%-ный водный раствор азотнокислого серебра. После хроматографирования пластину опрыскивают проявляющим раствором и помещают на 10 - 15 минут под источник УФ-света. При наличии в пробе голтикса на сером фоне проявляются коричневые пятна, R_f которых совпадает с R_f пятен стандартных растворов.

2.6. Обработка результатов анализа.

Количество голтикса в пятне определяют путем сравнения размера пятен проб и стандартов.

Содержание голтикса в пробе рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{A}{P},$$

где: X - содержание голтикса в пробе, мг/кг или мг/л;

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

P - масса (объем) пробы в г (мл).

2.7. Требования техники безопасности.

При анализе необходимо выполнять требования техники безопасности, рекомендованные для работ с органическими растворителями и кислотами.

2.8. Настоящие методические указания составлены по материалам Белорусского НИИ защиты растений (П.М. КИСЛУШКО, А.И. БОРИСЕВИЧ).

gost.e-ecolog.ru