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

Заместитель Главного Государственного санитарного врача СССР

А.И.Заиченко

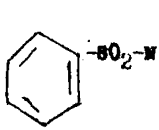
" 27 " апреля 1984 г.

№ 3009-84

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ АРИЛОНА ПО БЕНЗОЛСУЛЬФОНАМИДУ В ЗЕРНАХ ХЛОПКА И МАСЛЕ, ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИЕЙ

I. Краткая характеристика препарата

Арилон (хлорамин Б) - кристаллогидрат натриевой соли бензолсульфонамида. Арилон показал хорошие результаты в качестве антисептика на хлопке.



$\cdot 3\ H_2O$

$C_6H_5ClN_2O_2Na \cdot 3\ H_2O$

Мол.масса 267,66

Арилон хорошо растворим в воде и водных растворах щелочей. При нагревании выше 150°С разлагается с выделением газообразных продуктов разложения (HCl,Cl). В водных и кислых растворах неустабилен,в течение нескольких минут разлагается до бензолсульфонамида.

МДУ арилона в хлопке не установлена.

2. Методика определения арилона в зернах хлопка тонкослойной хроматографией

2.I. Основные положения

2.I.I. Принцип метода

Метод основан на извлечении арилона в виде бензолсульфонамида из анализируемого объекта этилацетатом, перераспределении в солянокислый раствор, а затем, после подщелачивания - в этилацетат и определении тонкослойной хроматографией.

2.I.2. Метрологическая характеристика метода

Диапазон измеряемых концентраций 0,35-I,00 мг/кг по арилону.

Предел обнаружения I мкг в хроматографируемой пробе по бензолсульфонамиду, I,7 мкг по арилону.

Предел обнаружения 0,2 мг/кг по бензолсульфонамиду, 0,35 мг/кг по арилону.

Среднее значение определения стандартных количеств арилона $\bar{c}$ при n =I5 79,0%.

Стандартное отклонение S при n =I5 ± 6,5%.

Доверительный интервал среднего при p=0,95 и n =5 79,0±8,2%.

Размах варьирования R 75,0-83,0%.

2.I.3. Избирательность метода

Метод селективен. Пестициды применяемые на хлопчатнике, в том числе хлор- и фосфорорганические определению не мешают.

2.2. Реактивы и растворы.

Ацетон, осч, ГОСТ 2603-79, свежеперегнанный.

Этилацетат, хч, ГОСТ 22300-76, свежеперегнанный.

Бензол, чда, ГОСТ 5955-75.

Хлороформ, хч, ГОСТ 20015-74.

Гексан, хч, ТУ 6-09-3375-78.

Na_2SO_4, хч, ГОСТ 4I66-76, безводный.

$KMnO_4$, хч, ГОСТ 4220-75.

о-толидин, ч, ТУ 6-09-2992-73.

КЙ, иодистый калий, хч, ГОСТ 4232-74.

Соляная кислота, фиксанал, осч, ГОСТ I426I-77.

КОН, едкое кали, тех, ГОСТ 9285-78.

Уксусная кислота, осч, ГОСТ I8270-72, ледяная.

Проявляющий реагент. Растворяют 0,I6 г о-толидина в 30 мл уксусной кислоты, доводят до 500 мл водой и прибавляют I г КЙ. Раствор хранить в темном месте.

Хлорирующая смесь. Смешивают равные объемы I,5%-ного раствора $KMnO_4$ и I0%-ного раствора HCl. Смесь в чашечке Петри помещают на дно хлорирующей камеры с притертой крышкой. Для этой цели обычно достаточно I0-I2 мл хлорирующей смеси.

Стандартные растворы бензолсульфонамида в ацетоне с содержанием 100 и 10 мкг/мл. Раствор А с содержанием 100 мкг/мл готовят растворением 10 мг бензолсульфонамида, помещенного в мерную колбу на 100 мл, в ацетоне. Для приготовления раствора Б из раствора А пипеткой отбирают 10 мл, переносят в мерную колбу на 100 мл и доводят до метки ацетоном. Растворы А и Б стабильны при хранении в холодильнике в течение одного месяца.

2.3. Приборы, аппаратура и посуда.

Аппарат для встряхивания, ТУ 64-1-1081-75

Ротационный вакуумный испаритель ИР-1 или аналогичный с набором колб, ТУ 25-11-917-76

Делительные воронки, ГОСТ 8613-75, на 250 мл.

Стеклянные пульверизаторы, ГОСТ 10391-74

Мерные колбы, ГОСТ 1770-74, на 100 мл.

Пипетки, ГОСТ 20292-77, на 10, 15 и 2 мл.

Кофейная мельница.

Пробирки с пробками на шлифах, ГОСТ 10515-75, на 10 мл.

Круглодонные колбы, ГОСТ 10394-72, на 100 и 250 мл.

Плоскодонные колбы, ГОСТ 10394-72, на 100, 500 мл.

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74, на 100 мл.

Камера хроматографическая, ГОСТ 10565-74

Камера хлорирующая, ГОСТ 11415-70

Чашечки Петри, ГОСТ 19908-74.

Микрошприц на 100 мкл. ТУ 5Б2.833.024

Пластинки Силуфол, 150х150 мм, ЧССР.

2.4. Подготовка к определению.

Хроматографические камеры насыщают за час до начала хроматографирования.

2.5. Отбор проб.

Отбор проб зерен хлопка проводят в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов" утвержденными Минздравом СССР 21 августа 1979, № 2051-79.

2.6. Подготовка проб к анализу.

Зерна хлопка измельчают на кофейной мельнице до консистенции муки грубого помола. Для определения берут пробы массой 10 г.

2.7. Проведение определения

Навеску анализируемого образца помещают в плоскодонную колбу на 500 мл, заливают 75 мл перегнанного этилацетата и экстрагируют на механическом встряхивателе в течение 30 мин. Экстракт фильтруют через бумажный фильтр в круглодонную колбу на 250 мл. Экстракцию повторяют еще два раза, используя каждый раз по 50 мл этилацетата. Объединенный этилацетатный экстракт концентрируют с помощью ротационного вакуумного испарителя до объема 2 мл. К остатку в колбе приливают 15 мл 0,1н HCl и фильтруют полученный раствор через бумажный фильтр в делительную воронку на 250 мл. Колбу тщательно промывают 0,1н HCl порциями по 15 и 30 мл и также фильтруют полученные растворы в делительную воронку. В результате жир остается на бумажном фильтре. Если делительная воронка все-таки испачкалась жиром, солянокислый экстракт переносят в другую воронку, при этом жир остается на стенках первой воронки. Далее к экстракту добавляют 1,25 мл и KOH до pH=7. Бензолсульфонамид извлекают экстракцией этилацетатом, порциями по 30 мл три раза. Экстракт сушат над безводным сульфатом натрия (15-20г), фильтруют и концентрируют с помощью ротационного вакуумного испарителя до объема 1 мл. Остаток количественно переносят ацетоном в градуированную пробирку на 10 мл. В пробирку помещают запаянный в верхней части стеклянный капилляр и ее содержимое концентрируют на горячей водяной бане до 1 мл. На пластинку наносят микрошприцем 100 мкл. Параллельно на пластинку наносят серию стандартных растворов бензолсульфонамида с содержанием 0,1; 0,2; 0,3; ..... 0,5 мкг, что соответствует 10,20,30 ... 50 мкл стандартного раствора Б. Хроматограмму развивают в смеси этилацетата с гексаном (1:1). После развития хроматограммы пластинку высушивают и помещают в камеру с хлорирующей смесью на 2-3 мин, затем пластинку вынимают из камеры, помещают ее под тягу и дают возможность избытку хлора испариться, после чего обрабатывают пластинку из пульверизатора о-толидиновым реагентом. Бензолсульфонамид проявляется

в виде сиреневых пятен на белом фоне с R_f 0,45±0,03 в системе этилацетата с гексаном и с R_f 0,50±0,03 в системе бензол: ацетон (7:3). Нижний предел определения 0,1 мкг бензолсульфонамида в хроматографируемой пробе.

2.8. Обработка результатов анализа.

Содержание арилона в анализируемой пробе X в мкг/кг вычисляют по формуле:

$$X = \frac{C \cdot V \cdot K}{V_a \cdot P}$$, где:

C – количество бензолсульфонамида, найденное на пластинке методом соотношения со стандартом, мкг;

V – конечный объем раствора, из которого отбирают аликвоту для хроматографирования, мл;

V_a – величина аликвоты, взятой для хроматографирования, мл;

P – навеска анализируемой пробы в г;

K – коэффициент пересчета бензолсульфонамида на арилон, равен 1,71.

3. Требования безопасности.

Соблюдать требования безопасности, принятые для работы с легковоспламеняющимися жидкостями.

4. Разработчики

Методические указания разработаны во ВНИИ химических средств защиты растений Л.И.Лещинской и К.Ф.Новиковой.

gost.e-ecolog.ru