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" 04 1984 г.

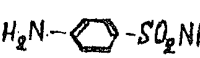
№ 2995-84

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ АЗУЛОКСА В ПОЧВЕ И СЫРЬЕ НАПЕРСТЯНКИ ШЕРСТИСТОЙ МЕТОДОМ ХРОМАТОГРАФИИ В ТОНКОМ СЛОЕ

I. Краткая характеристика препарата.

Азулокс - системный гербицид послевсходового применения. Действующее вещество - азулам.

Химическое название: N-(4-аминофенилсульфонил)-О-метилкарбамат.



$C_8H_{10}N_2O_4S$

Мол.масса 230,24

Представляет собой бесцветные кристаллы с $T_{пл.}$ 143-144°С. Растворимость в воде составляет 0,5%. Азулам хорошо растворим в ацетоне, метаноле, спирте, этилацетате.

Острая токсичность для теплокровных: $ЛД_{50}$ для крыс при оральном введении выше 5 000 мг/кг. Препарат не канцерогенен, в почве не накапливается. Азулам рекомендован для прополки люцерны, эспарцета, мака масличного и льна.

2. Методика определения азулокса в почве и сырье наперстянки шероховатой методом тонкослойной хроматографии

2.I. Основные положения

2.I.I. Принцип метода

Метод основан на экстракции азулокса из растительной пробы и почвы этилацетатом. Хроматографическое определение проводятся в тонком слое адсорбента на пластинках "Silufol UV -254", в системе этилацетат-хлороформ-уксусная кислота (50:50:I)

2.I.2. Метрологическая характеристика

Анализируемая проба	Предел обнаружения, мг/кг	Число параллельных определений	Размах варьирования,%	Среднее значение определений,%	Стандартное отклонение	Доверительный интервал
Трава наперстянки	0,0I	I0	I9,5	80	0,3I	0,69
Почва	0,02	I0	7,0	92,5	4,05	2,7

2.2. Реактивы и материалы

Этилацетат, хч ГОСТ 22300-76.

Хлороформ, хч. ГОСТ 20015-74.

Уксусная кислота, хч., ГОСТ 6I-75.

Сернокислый натрий чда, ГОСТ 4I-66-76.

Метанол, хч., ГОСТ 6995- 77.

Этиловый спирт, ГОСТ 5963-67.

Реактивы для проявления хроматограмм

Проявляющий реагент №I. К смеси из 46 мл воды и 4 мл концентрированной соляной кислоты, хч. ГОСТ 3II867 плотностью I,I9 г/см^3

прибавляют I г нитрита натрия хч., ГОСТ 4197-74.

Проявляющий реагент №2. I г α-нафтиламина растворяют в 50 мл этилового спирта.

Проявляющие реактивы употребляются свежеприготовленными.

Стандартный раствор азулокса /99%/ готовятся в этаноле или метаноле /200 мкг/мл/.

2.3. Приборы: аппаратура и посуда

Аппарат для встряхивания,

Сито металлическое с диаметром отверстий I-2 мм.

Вакуумный испаритель, ТУ 25-II-917-76,

Камера для хроматографирования, ГОСТ 10565-74.

Термостат с температурой нагрева 200°С, ТУ 64 ИI-I4II-72.

Мельница для размола образцов ЭВ-3А., ГОСТ 692-70.

Колбы конические емкостью на 250 мл, ГОСТ 9737-70.

Колбы круглодонные на шлифах (для отгонки), ГОСТ 9737-70.

Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 10391-74.

Воронки фильтрующие, ГОСТ 9775-71.

Микропипетки для нанесения стандартов и опытных образцов на 0,I или 0,2 мл, ГОСТ I770-74

Фильтры бумажные

Колбы мерные на 10 мл, ГОСТ I770-74

Цилиндры мерные на 100 мл, ГОСТ I770-74

Хроматографические пластинки "Silufol UV-254"

2.4. Подготовка к определению

2.4.I. Отбор проб

Отбор проб производится в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, про-

дуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов", утвержденными Минздравом СССР 2I августа 1979 г. №2051-79.

2.4.2. Подготовка образцов к анализу

Сухую почву растирают в ступке и просеивают через сито размером отверстий на I мм.

Сухую массу наперстянки шерстистой измельчают на мельнице. Сырую массу наперстянки шерстистой гомогенизируют в ступке с кварцевым песком и безводным сульфатом натрия.

2.5. Проведение определения

2.5.I. Экстракция азулокса

Почва. (сухая) 30-50 г сухой почвы помещают в коническую колбу на 250 мл, увлажняют, заливают I00-I50 мл этилацетата и оставляют на ночь. Затем осторожно сливают через бумажный фильтр. К остатку приливают I00 мл этилацетата и встряхивают I час. Пробу отфильтровывают, остаток промывают 50 мл этилацетата. Объединенные этилацетатные экстракты упаривают на ротационном испарителе, последние порции растворителя удаляют с помощью тока сухого воздуха.

Влажная почва. I00 г почвы помещают в коническую колбу на 250 мл, прибавляют I50 мл этилацетата, оставляют на ночь и далее поступают, как описано выше. Единственное дополнение, в том и другом случае, фильтрация идет через безводный сульфат натрия.

Наперстянка шерстистая (зеленая масса). Навеску 40-50 г сырой массы или I0 г сухой помещают в колбу на 250 мл и добавляют I50 мл этилацетата, оставляют на ночь. Затем растворитель сливают через бумажный фильтр, остаток заливают I00 мл этилацетата и встряхивают в течение I часа. Пробу отфильтровывают, остаток за-

ливают 50 мл этилацетата. Объединенные экстракты упаривают на роторном испарителе. Последние порции растворителя удаляют током сухого воздуха.

2.5.2. Условия хроматографирования

Сухой остаток растворяют в 1-2 мл метанола или этанола и наносят на хроматографическую пластинку " Silufol ". Предварительно хроматографическую пластинку делят на 5 частей. Наносят 0,1-0,2 мл пробы на 2-х полосах, рядом наносят стандарт 0,1 мкг, 0,2 мкг и 0,5 мкг в случае почвы, а в случае зеленой массы - 0,2 мкг. Хроматографирование проводят в системе растворителей: этилацетат-хлороформ-уксусная кислота (50:50:1). Когда фронт растворителя поднимется на 10-12 см пластинку извлекают из хроматографической камеры и сушат на воздухе. Вынутую пластинку опрыскивают реактивом №1 и через 10 минут реактивом №2. При наличии препарата в пробе на хроматограммах проявляются красные пятна. R_f азулокса 0,53 ± 0,05.

2.5.3. Обработка результатов.

Количественное определение проводят путем сравнения размера и интенсивности окраски пятен азулокса в рабочей пробе с пятнами стандарта.

Расчет анализа проводят по формуле.

$$X = \frac{A \cdot B}{C \cdot P} \quad \text{мг/кг, где:}$$

X - содержание препарата в мг/кг;

A - количество азулокса, найденное в рабочей пробе на хроматограмме в мкг;

B - конечный объем экстракта, мл;

C - объем нанесенной на пластинку аликвоты в мл (0,1-0,2 мл);

P - взятая навеска в г.

4. Разработчики

Пономина Г.П., Букина Н.В. (ВИЛАР, Москва).

gost.e-ecolog.ru