ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ
С ВРЕДИТЕЛЯМИ, БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ ПРИ МСХ СССР

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

Часть VIII

Москва - 1977 г.

gost.e-ecolog.ru

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ

ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ,

БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ ПРИ МСХ СССР

Утверждено

Министерством здравоохранения
СССР
1976 г.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

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

Часть VIII

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

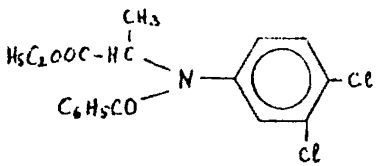
Москва - 1977 г.

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАРАХОЛА / СУФИКСА / В ВОДЕ И ЗЕРНЕ ПШЕНИЦЫ ГАЗО-ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИЕЙ

Краткая характеристика препарата

Карахол / суфикс / представляет собой этиловый эфир N-бензоил - N - / 3,4-дихлорфенил / аланина .

Структурная формула:



Молекулярный вес 366,26.

Это белое кристаллическое вещество с температурой плавления 70 - 71°С. Практически нерастворимо в воде, хорошо растворимо в органических растворителях: в эталоне около 10%, метаноле 20%, ацетоне 70%, четыреххлористом углероде 45%, диметилсульфоксиде 38%, циклогексаноне 59,0%, толуоле 15,0% / % вес./об /.

Препарат выпускается в форме эмульгирующегося концентрата с содержанием действующего вещества 40%. Применяется в качестве гербицида против овсюга в посевах зерновых культур.

Препарат мало токсичен для теплокровных животных и человека, $ЛД_{50}$ = 1550 мг/кг / для крыс /.

Принцип метода*

Метод основан на экстракции пестицида из анализируемых проб органическим растворителем, очистке экстракта на колон-

---

* Метод разработан Пиленковой И.И., Фатьяновой А.Д., Зоровой А.И., Петровой О.В. / Уфимский филиал ВНИИХСЗР, г.Уфа / и Чмилем В.Д. / ВНИИТИНТОКС, г.Киев /, утвержден 20 декабря, № 1531-76.

ке из окиси алюминия с последующим распределением между двумя несмешивающимися растворителями и газохроматографическом определении с использованием детектора по захвату электронов. Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки. Минимально детектируемое количество суффикса I кг. Линейный динамический диапазон детектирования не менее 60 кг.

Чувствительность определения суффикса составляет в воде 0,002 мг/л, в зерне 0,02 мг/кг.

Процент определения суффикса в пробах составляет 96-97%. Относительная ошибка определения, найденная с надежностью 0,95, составляет ± 1,6%.

Реактивы и растворы

Хлороформ, фарм.
Гексан "хч" МРТУ 6-09-6408-69, перегнанный
Ацетонитрил "ч" ТУ 6-09-3534-74
Натрий сернокислый безводный "хч" ГОСТ 4166-66
Окись алюминия для хроматографии II степени активности МРТУ 6-09-5296-68
Фосфорно-молибденовая кислота "хч" МРТУ 6-09-4790-67
40%-ный водный раствор
Хроматон N-AW-DMCS / фр. 0,16 - 0,20 / с 5% метилсиликона SE -30
Азот особой чистоты, газообразный ГОСТ 9293-74

Стандартный раствор суффикса в гексане с концентрацией I мг/мл: растворяют 0,0100 г суффикса в 10 мл растворителя.

Приборы и посуда

Газовый хроматограф с электронно-захватным детектором / Цвет-5, Цвет-104, Цвет-106 и др. /
Делительные воронки емкостью 1500, 500 и 250 мл
Колба для отсасывания емкостью 500 мл
Воронка Бюхнера диаметром 15 см
Ротационный испаритель
Аппарат для встряхивания

Колба круглодонная для отгонки растворителя емкостью 100 мл

Колбы коничёские с притёртой пробкой емкостью 250 мл

Воронки химические

Вакуум-насос / водоструйный, масляный /

Электроплитка

Мельница лабораторная / кофемолка /

Колонка стеклянная длиной 20 см и внутренним диаметром 14 мм для очистки экстракта

Колбы мерные на 10 мл

Экстракция пестицида из проб

Вода. Пробу воды / 200-250 мл / помещают в делительную воронку и экстрагируют тремя порциями хлороформа / 100; 50 и 50 мл /. Объединенный экстракт сушат безводным сульфатом натрия и удаляют растворитель досуха / ротационный испаритель, ток воздуха /. Сухой остаток переносят гексаном / 20-30 мл / в делительную воронку и экстрагируют суффикс двумя порциями ацетонитрила по 20 мл. Ацетонитрильный экстракт переносят в круглодонную колбу для отгонки растворителя и испаряют растворитель досуха / ротационный испаритель, ток воздуха /.

Растительный материал. Навеску зерна пшеницы / 20 г /, измельченного в муку на лабораторной мельнице, помещают в коническую колбу с притертой пробкой на 250 мл и встряхивают с 60 мл флороформа в течение часа на аппарате для встряхивания. Твердые частицы отфильтровывают на воронке Бюхнера под вакуумом и остаток на фильтре промывают тремя порциями хлороформа по 10 мл Хлороформный экстракт переносят в делительную воронку емкостью 250 мл, прибавляют 5 мл фосфорно-молибденовой кислоты, встряхивают и после расслоения фаз собирают нижний хлороформный слой. Хлороформный экстракт промывают двумя порциями воды по 30 мл, сушат безводным сульфатом натрия и пропускают через стеклянную колонку, заполненную окисью алюминия. Затем колонку промывают 100 мл хлороформа. Хлороформные смывы объединяют с первоначальным элюатом, упаривают растворитель досуха. Сухой остаток растворяют в 20-30 мл н-гексана, переносят в делительную воронку и экстрагируют суффикс

двумя порциями ацетонитрила по 20 мл. Ацетонитрильный экстракт переносят в колбу для отгонки растворителя, испаряют растворитель досуха / ротационный испаритель, ток воздуха /.

Проведение определения

Сухой остаток после испарения растворителя растворяют в I мл н-гексана и аликвоту хроматографируют при следующих условиях:

I. Хроматограф с детектором по захвату электронов;

2. Рабочая шкала электрометра $20 \cdot 10^{-12}$а;

3. Скорость протяжки картограммы самописца 240 мм/час;

4. Колонка стеклянная спиральная / или U -образная / длиной 2 м и внутренним диаметром 3 мм, заполненная хроматоном N-AW-DMCS / фр. 0,I6 - 0,20 мм / с 5% SE - 30;

5. Температура термостатов испарителя 250°С; колонки 225°С, детектора 250°С;

6. Расход газа-носителя / азот особой чистоты / через колонку 50 мл/мин, через продувочную камеру детектора I50 мл/мин ;

7. Линейность детектирования до 60 нг;

8. Объемы, вводимые в испаритель, 2-3 мкл;

9. Минимально детектируемое количество I нг;

I0. Абсолютное время удерживания суффикса I6 мин 59,3 сек.

Хроматографирование одной пробы проводят дважды. Измеряют на хроматограммах высоты пиков, соответствующих суффиксу, вычисляют среднее значение из двух параллельных определений. Количественное определение проводят по методу абсолютной калибровки посредством сравнения с хроматограммами стандартного раствора суффикса.

Расчет результатов анализа

Для определения содержания суффикса в пробе по методу абсолютной калибровки используют следующую формулу:

$$X = \frac{100 \cdot A \cdot H_2 \cdot V_2}{H_1 \cdot V_1 \cdot P \cdot R}$$, где

X - количество препарата в пробе, мг/л или мг/кг;

A - количество стандарта / суффикса /, введенное в хроматограф, мг;

H_1 и H_2 - высоты пиков суффикса на хроматограммах для стандартного раствора и пробы соответственно, мм;

V_1 - объем экстракта, введенный в хроматограф, мкл;

V_2 - общий объем упаренного экстракта, мкл;

P - количество анализируемой пробы, л или кг;

R - степень определения, найденная предварительно, %.

gost.e-ecolog.ru