СПРАВОЧНИК

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

В ДВУХ ТОМАХ

Том 1

МОСКВА, ВО «КОЛОС»,
1992

gost.e-ecolog.ru

ББК 41.4
М54
УДК 631.58 (035)

Составители: М. А. Клисенко, А. А. Калинина, К. Ф. Новикова, Г. А. Хохолькова

Редакторы: А. А. Белоусова, Е. М. Козина

М54 Методы определения микроколичеств пестицидов в продуктах питания, кормах и внешней среде: Справочник. – Т. 1/Сост. Клисенко М. А., Калинина А. А., Новикова К. Ф. и др. – М.: Колос, 1992. – 567 с.: ил.
ISBN 5-10-002343-0

В первый том справочника включены официально утвержденные методики определения галогенсодержащих углеводородов; органических соединений фосфора и олова; аминов и солей четвертичных аммониевых оснований; кетонов, спиртов, нитрофенолов, простых эфиров; алифатических, алициклических, ароматических кислот и их производных; арилоксиалканкарбоновых кислот и их производных; производных карбаминовой, тио- и дитиокарбаминовой кислот; производных мочевины, тиомочевины и сернистой кислоты; пятичленных гетероциклических соединений.

М $\frac{4105020000-058}{035(01)-92}$ 18-92 ББК 41.4

ISBN 5-10-002343-0 (т. 1)
ISBN 5-10-002772-X

© М. А. Клисенко, А. А. Калинина, К. Ф. Новикова, Г. А. Хохолькова, составление, 1992

Утверждено 12.04.85 № 3252 – 85

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ СТОМПА В ТАБАКЕ МЕТОДОМ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ *

Краткая характеристика препарата. Стомп – 3,4-диметил-2,6-динитро-N(пентил-3)анилин – кристаллическое вещество оранжево-желтого цвета. Брутто формула $C_{13}H_{19}N_3O_4$. Молекулярная масса 281,3. Общепринятое название пеноксалин. Т.пл. 56–57 °С. Растворимость в воде при 20 °С 0,3 мг/л. Хорошо растворяется в хлорированных и ароматических углеводородах. Стабилен в щелочных и кислых средах.

Как селективный почвенный гербицид эффективен для борьбы с одно- и двудольными сорняками на посевах кукурузы, хлопчатника, риса, бобовых, табака. Рекомендуется вносить перед посадкой. Применяется также для химического пасынкования табака. ДСД 0,25 мг/кг; МДУ в табаке 0,1 мг/кг.

Принцип метода. Методика основана на газохроматографичесом определении стомпа с ДПР на неподвижной фазе ECSS-X после экстракции смесью вода – хлороводородная кислота – этанол, очистки экстракта жидкость-жидкостным перераспределением в гексан и на колонке с силикагелем.

Метрологическая характеристика метода. Диапазон определяемых концентраций 0,03–0,5 мг/кг. Минимально детектируемое количество 0,2 нг. Метрологическая характеристика метода представлена в таблице 50.

50. Метрологическая характеристика метода определения остаточных количеств стомпа в табаке методом ГЖХ

Количество стомпа, внесенного в пробу, мг/кг	Количество стомпа, обнаруженного в пробе, мг/кг	Процент определения	Стандартное отклонение, мг/кг
0,05	0,043	84,0	±0,0016
0,25	0,23	90,4	±0,009
0,5	0,42	86,8	±0,016

Продолжение

Относительное стандартное отклонение	Среднее отклонение, мг/кг	Доверительный интервал среднего при $p = 0,95$, $n = 5$, %
±3,7	0,0012	±0,002
±3,8	0,006	±0,01
±3,8	0,012	±0,02

* Разработаны Т.А. Персжогиной (ВИТИМ).

Избирательность метода. Трефлан и паарлан, применяемые в настоящее время в табаководстве, определению не мешают.

Реактивы и растворы. Этиловый спирт ректиф. Хлороводородная кислота ч. *н*-Гексан ч. Бензол х.ч. Сульфат натрия безводный ч. Подкисленный этанол (к 200 мл дистиллированной воды приливают 20 мл концентрированной хлороводородной кислоты и доводят до метки этанолом в мерной колбе на 1 л). 1 н. раствор хлороводородной кислоты. Смесь гексана с бензолом (8:2). Азот особой чистоты. Силикагель для колоночной хроматографии Л (0,1/0,2 мм) ECSS-X 5% на газ-хром Q (0,1–0,12 мм). Стандартный раствор стомпа в бензоле (0,0005 мг/мл).

Приборы и посуда. Хроматограф «Цвет-106» с ДПР или аналогичный. Микрошприц на 10 мкл. Ротационный вакуумный испаритель. Аппарат для встряхивания. Гомогенизатор. Сушильный шкаф. Колбы: конические со шлифом на 250 и 500 мл; мерные на 1 л; круглодонные на 100 мл; колба Бунзена. Воронка Бюхнера. Хроматографические колонки длиной 500 мм с диаметром 20 мм. Воронки делительные на 500 и 1000 мл. Стаканы химические на 100 и 150 мл. Воронки химические разные. Пипетки разные. Фильтры бумажные. Вата обезжиренная.

Подготовка к определению. Установление линейного динамического диапазона. Готовят раствор стомпа в бензоле (0,005 мг/мл). В 10 колб вместимостью по 50 мл вносят пипеткой 1–10 мл раствора стомпа в бензоле, доводят до метки бензолом, перемешивают и по 4 мкл полученных растворов поочередно вводят в хроматограф. До хроматографирования растворы необходимо хранить в защищенном от света месте, так как препарат разлагается под действием УФ-лучей.

Приготовление силикагеля для колоночной хроматографии. Силикагель марки Л (0,1/0,2 мм) перед употреблением высушивают в течение 4 ч при температуре 140 °С и переносят в склянку с притертой пробкой. К остывшему силикагелю осторожно при перемешивании приливают небольшими порциями дистиллированную воду из расчета 20 мл на 80 г силикагеля, тщательно перемешивают встряхиванием до исчезновения комочков и оставляют на 24 ч для равномерного распределения воды. Проверяют активность каждой вновь приготовленной порции силикагеля.

Ход анализа. Навеску измельченного табака (10–20 г) помещают в стакан гомогенизатора и заливают солянокислым этанолом (соотношение экстрагирующей смеси и образца по массе 20:1). Гомогенизируют 4 мин при 5000 об/мин или встряхивают на механическом встряхивателе в течение 2 ч. Фильтруют экстракт под вакуумом, дважды промывают остаток на фильтре солянокислым этанолом порциями по 15 мл и переносят в делительную воронку. Добавляют к экстракту 100 мл 1 н. раствора хлороводородной кислоты, 50 мл гексана и экстрагируют в течение 1 мин. Отделяют гексановый слой и повторяют экстракцию гексаном трижды порциями по 20 мл. Объединенные гексановые экстракты фильтруют через слой безводного сульфата натрия в круглодонную колбу и упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе.

В хроматографическую колонку вносят 14 г активированного силикагеля в гексане, уплотняют сорбент, вносят слой безводного сульфа-

та натрия высотой 1–1,5 см и промывают колонку 30 мл гексана. Скорость прохождения растворителя через колонку – 2 капли в секунду. Сухой остаток в колбе растворяют в 10 мл смеси гексана с бензолом и вносят в колонку. Колбу промывают смесью гексана с бензолом трижды порциями по 5 мл и каждый новый объем вносят в колонку после того, как мениск предыдущего достигнет поверхности силикагеля. Промывают колонку 50 мл гексана, установив скорость прохождения растворителя через колонку 3–4 капли в секунду. Собранный элюат отбрасывают. Стомп элюируют из колонки 130 мл смеси гексана с бензолом. Первые 30 мл элюата отбрасывают, а последующие 100 мл собирают, упаривают досуха на ротационном вакуум-испарителе при температуре водяной бани 40 °С, растворяют осадок в 2–5 мл бензола и аликвоты по 4–6 мкл вводят в хроматограф.

Условия хроматографирования. Газовый хроматограф «Цвет-105» с ДПР. Колонка стеклянная длиной 1 м с внутренним диаметром 3 мм. Твердый носитель газ-хром Q (0,1–0,012 мм). Неподвижная фаза 5% ECSS-X. Температура (°С): детектора – 230, колонки – 190, испарителя – 250. Рабочая шкала электрометра $20 \cdot 10^{-12}$ А. Скорость потока газа-носителя (азота) 32 мл/мин; продувочного газа (азота) – 94 мл/мин. Время удерживания стомпа при названных условиях 3,2 мин. В испаритель вводят 4 мкл рабочего раствора в бензоле.

Обработка результатов анализа. Количественное определение проводят путем сравнения высоты пиков стандартного и исследуемого растворов. Содержание остаточных количеств стомпа в анализируемой пробе вычисляют как среднее из трех параллельных определений.

Содержание пестицида в анализируемой пробе (X, мг/кг) рассчитывают по формуле

$$X = \frac{100 C H_x V_{ст} V_0}{H_{ст} V_x P (100 - W)},$$

где C – концентрация стандартного раствора пестицида, мкг/мл; H_x и $H_{ст}$ – высота хроматографического пика соответственно исследуемого и стандартного растворов, мм; V_x – объем пробы исследуемого раствора, введенный в хроматограф, мкл; $V_{ст}$ – объем пробы стандартного раствора, введенный в хроматограф, мкл; V_0 – общий объем исследуемого раствора, мл; P – навеска образца, кг; W – влажность анализируемой пробы, %.

Требования безопасности. Необходимо соблюдать общепринятые правила безопасности при работе с органическими растворителями и токсичными веществами.

gost.e-ecolog.ru