Министерство сельского хозяйства
Российской Федерации

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

Сборник № 22
Часть 1-ая

МОСКВА
ЦЕНТР НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ИНФОРМАЦИИ,
ПРОПАГАНДЫ И РЕКЛАМЫ
1994 г.

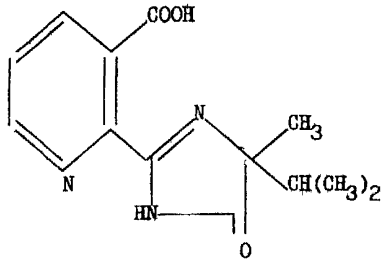
gost.e-ecolog.ru

УТВЕРЖДЕНО
МИНИСТЕРСТВОМ ЗДРАВО-
ОХРАНЕНИЯ СССР
"29" июля 1991 г.
№ 6238-91

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ОПРЕДЕЛЕНИЮ ИМАЗАПИРА (АРСЕНАЛА) В ВОДЕ И ПОЧВЕ

1.Краткая характеристика препарата имазапир (арсенал,чашпер,имидазолинон).Действующее вещество:2-(4-изопропил-4-метил-5-оксо-2-имидазолин-2-ил)никотиновая кислота.

Структурная формула:



$C_{13}H_{15}N_3O_3$

М.м.261.3

Белый порошок со слабым запахом уксуса.Т пл.160-173^{0}С.Давление пара при 45^{0}С менее 2.10^{-7}мм.рт.ст.Растворимость в воде 10-15 г/л при 25^{0}С.pH 1%-ного водного раствора 3,0-3,5.При 25^{0}С раствор устойчив более чем 18 месяцев.Препарат ограниченно растворим в органических растворителях.В почве сохраняется в зависимости от климатических условий от 6 месяцев до 2 лет.

Разработчики:Маслаков С.Е.,Васова Ю.Г.,Сабуров Г.Г.,Федорова Л.Н., Подсвирова Т.И.,Ленинградский НИИ Лесного хозяйства.

Выпускается в виде водной эмульсии концентрацией 240 г/л и 5% гранул. Малотоксичен. $ЛД_{50}$ для крыс более 5000 мг/кг, мышей более 2000 мг/кг. МДК и ПДК не установлены. Имазапир является гербицидом и арборицидом.

2. Методика определения имазапира

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Метод основан на извлечении имазапира из воды хлороформом, из почвы буферным раствором и очистке экстракта между двумя несмешивающимися жидкостями. Конечное определение проводят методом газожидкостной хроматографии в виде метилового эфира 2-(4-изопропил-4-метил-5-оксо-2-имидазолин-2-ил)-никотиновой кислоты.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода приведена в таблице.

Таблица

Метрологическая характеристика метода определения арсенала ГЖХ.

Показатели точности измерения	Почва	Вода
Среднее значение определения %	86,8	92,5
Стандартное отклонение, ±%	5,9	1,2
Относительное стандартное отклонение, ±%	6,8	1,3
Доверительный интервал (±%) среднего (n=5, P=0,95)	8,4	3,5
Относительная погрешность измерений (±%)	15	12
Предел обнаружения (мг/кг, мг/л)	0,05	0,01
Диапазон определяемых концентраций (мг/кг, мг/л)	0,05-0,5	0,01-0,5
Минимально детектируемое количество	0,5 нг	0,5 нг

2.1.3. Избирательность метода

Метод специфичен, другие гербициды, арборициды (например, велпар, раундап, глуфосинат аммония, 2,4-Д, гарлон) определению не мешают.

2.2. Реактивы и материалы

Аналитический стандарт:2-(4-изопропил-4-метил-5 оксо-2-имидазолин-2-ил)никотиновая кислота,выпускается фирмой "Cyanamid" (США).Содержание основного вещества в препарате 99,1%.

Хлороформ,ГОСТ 20015-74.

Метанол,х.ч.,ГОСТ 6995-77.

Калий фосфорнокислый однозамещенный,ч.,ГОСТ 4198-75.

Натрий фосфорнокислый двузамещенный,ч.,ГОСТ 4172-76.

Вода дистиллированная,ГОСТ 6709-72.

Кислота соляная,х.ч.,ГОСТ 3118-77,1 н раствор.

Натрий сернокислый безводный,ч.д.а.,свежепрокаленный,ГОСТ 4166-76.

Воздух сжатый,ГОСТ 9010-80.

Водород,ГОСТ 3022-88.

Триметиланилин,ч.,ТУ 6-09-10-915-73.

Азот высокой чистоты,ТУ 6-16-40-14-88.

Фильтры бумажные беззольные "синяя лента",ТУ 6-09-1678-77.

Хромосорб-750 (100-120 меш) с 3,8% OV-17.

Основной стандартный раствор имазапира в метаноле с содержанием 100 мкг/мл,хранят в холодильнике до трех месяцев.

0,2 М раствор гидроокиси триметиланилина в метаноле готовится растворением триметиланилина в свежеперегнанном метаноле.

2.3.Приборы,аппаратура и посуда

Газовый хроматограф с термоионным детектором.

Колонка стеклянная,длиной 1800 мм,внутренним диаметром 4 мм.

Микрошприцы на 10 мкл,МШ-10 М,ТУ 2.83-3-106.

Весы аналитические,ВЛР-200,ТУ 25-06-1131-75.

Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М,ТУ 25-11-917-74.

Вакуумный водоструйный насос,ГОСТ 25336-82.

Баня водяная,ТУ 64-1-2850-76.

Воронки делительные емкостью 500 мл,ГОСТ 25336-82.

Колбы мерные емкостью 25,50,100 мл,ГОСТ 1770-74.

Колбы плоскодонные емкостью 500 мл,ГОСТ 25336-82.

Колбы круглодонные емкостью 500 мл,ГОСТ 25336-82.

Цилиндры мерные емкостью 1000 мл,ГОСТ 1770-74.

Воронки химические,ГОСТ 25336-82.

Стеклянные палочки.

Пробирки на шлифах,вместимостью 5 мл,ГОСТ 1770-74.

pH-метр,ГОСТ 15-150-69.

Линейка измерительная,цена деления 0,1 см,ГОСТ 17435-72.

2.4.Подготовка к определению.

2.4.1.Приготовление рабочих растворов.

В мерные колбы на 50 мл помещают по 0,5;1;2,5;5 и 10 мл основного раствора и доводят до метки метанолом.Эти растворы содержат 1,2,5,10 и 20 мкг/мл имазапира соответственно.

Растворы имазапира стабильны при хранении в герметичной упаковке в холодильнике и могут быть использованы в течение 3 месяцев.

Перед хроматографированием к 4 мл рабочего стандартного раствора добавляют 20 мкл 0,2 М раствора гидроокиси триметиланилина в метаноле.

2.4.2.Приготовление буферного раствора с pH 7.

Фосфатный буфер готовят,растворяя 13,6 г одноосновного фосфата калия и 14,1 г двуосновного фосфата натрия в 4 л дистиллированной воды.При необходимости раствор подкисляют или подщелачивают растворами H_3PO_4 и NaOH.

2.4.3.Приготовление 1,0 н раствора соляной кислоты.

83 мл концентрированной соляной кислоты помещают в мерную колбу на 1 л и доводят до метки дистиллированной водой.

2.4.4.Подготовка проб.

Вода.200-1000 мл воды отфильтровывают через бумажный фильтр (синяя

лента) и помещают в плоскодонную колбу на 500 мл.

Почва.40 г воздушно-сухой и просеянной через сито с размером ячеек 1 мм почвы помещают в плоскодонную колбу на 500 мл.

2.5.Отбор проб

Отбор проб производится в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции,продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов",утвержденными заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР 21.08.1979 за № 2051-79.

2.6.Проведение определения.

2.6.1.Вода

К пробе воды,подкисленной 1,0 н соляной кислотой до pH $2,0\pm0,1$ добавляют 100 мл хлороформа.Имазапир экстрагируют при тщательном перемешивании на механическом встряхивателе в течение 2 минут.Содержимое колбы переносят в делительную воронку на 500 мл.Хлороформный экстракт отделяют и пропускают через слой сернокислого натрия в круглодонную колбу на 500 мл Экстракцию повторяют еще дважды.Объединенный хлороформный экстракт выпаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре 40^{0}С.Колбу обмывают дважды по 50 мл метанолом,каждый раз испаряя метанол досуха.Сухой остаток растворяют в 4 мл метанола,тщательно обмывая стенки колбы.1 мл полученного метанольного раствора смешивают с 50 мкл 0,2 М раствора гидроокиси триметиланилина в метаноле и хроматографируют.

2.6.2.Почва

К пробе почвы приливают 200 мл фосфатного буферного раствора.Полученную суспензию тщательно перемешивают на механическом встряхивателе в течение 30 минут и фильтруют через бумажный складчатый фильтр.К твердому осадку приливают 100 мл буферного раствора,встряхивают суспензию 5 минут и отфильтровывают.Объединенный фильтрат подкисляют 1 н соляной кислотой

до pH 2,0±0,1.Из полученного раствора арсенал экстрагируют 100 мл хлороформа при энергичном перемешивании в течение 2 минут,после чего содержимое колбы переносят в делительную воронку на 500 мл.Хлороформный слой отделяют и пропускают через слой сернокислого натрия в круглодонную колбу на 500 мл.Экстракцию повторяют еще 2 раза.Объединенный хлороформный экстракт упаривают на вакуумном испарителе при температуре 40°С.Колбу обмывают дважды по 50 мл метанола,каждый раз испаряя растворитель досуха.Сухой остаток растворяют в 4 мл метанола,тщательно обмывая стенки колбы.Из полученного раствора отбирают 1 мл,прибавляют 50 мкл 0,2 М гидроокиси триметиланилина и хроматографируют.

2.7.Условия хроматографирования

Газохроматографическое определение имазапира проводится на хроматографе с термоионным детектором при следующих условиях:

Твердый носитель-Хромосорб 750 (100-120 меш) с 3,8% OV-17.

Колонка стеклянная 1800 мм с внутренним диаметром 4 мм.

Скорость газа-носителя (азот высокой чистоты)-30 мл/мин,водорода 3,3 мл/мин,воздуха 55 мл/мин.

Температура колонки 230°С,

испарителя 250°С,

детектора 300°С.

Скорость протяжки ленты самописца 0,25 см/мин.

Время удерживания при указанных условиях 8,40±0,40 мин.

Вводимый объем 1-5 мкл.

Линейный диапазон детектирования 1-100 нг.

Минимально детектируемое количество 0,5 нг.

2.8.Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят методом соотношения со стандартом по высоте пиков.Расчет концентрации препарата (X) в почве в мг/кл и

воде в мг/л проводят по формуле:

$$X=\frac{4.H_{пр}.C_{ст}.V_2}{H_{ст}.V_1.P}$$,где

X-концентрация арсенала в воде (мг/л),почве (мг/кг);

$H_{пр}$-высота пика рабочей пробы,мм;

$C_{ст}$-количество имазапира в хроматографируемом объеме стандартного раствора,нг;

V_2-объем рабочего раствора,мл;

V_1-объем аликвоты рабочей пробы,вводимой в хроматограф,мкл;

P-масса анализируемой пробы,мл,г;

$H_{ст}$-высота пика стандартного раствора имазапира,мм.

3.Требования безопасности.

Необходимо соблюдать общепринятые правила безопасности при работе с органическими растворителями,токсическими веществами,концентрированными кислотами.

gost.e-ecolog.ru