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 XII

Москва -1982

gost.e-ecolog.ru

"УТВЕРЖДАЮ"

Заместитель Главного Государственного Санитарного врача СССР

А.И.Заиченко

« 30 » марта 1981 г.

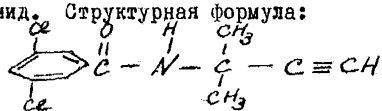
№ 2360-81

ВРЕМЕННЫЕ
МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГАЗОЖИДКОСТНО-ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ОПРЕДЕЛЕНИЮ КЕРБА (ПРОПИЗАМИДА) В ВОДЕ, ПОЧВЕ И РАСТЕНИЯХ

I. Характеристика анализируемого пестицида

Керб (синонимы: пропизамид, пронамид) используется в качестве гербицида для прополки посевов сои, хлопчатника, люцерны. Эффективен против злаковых сорняков, пастушьей сумки, ярути, лютика.

Химическое название: 3,4-дихлор-*N*-(I,I-диметил-2-пропинил)-бензамид. Структурная формула:



$C_{I2}H_{II}OCI_2$. Молекулярная масса 242. Точка плавления I54 - I56°С.

По внешнему виду представляет собой бесцветное кристаллическое вещество. Растворимость: в воде – I5 мг/л, в органических растворителях (за исключением насыщенных алифатических углеводородов) растворяется хорошо.

$ЛД_{50}$ для крыс 5620 - 8350 мг/кг.

2. Методика определения керба в воде, почве и растениях

2.I. Основные положения.

2.I.I. Принцип метода.

Методика основана на газохроматографическом определении керба с детектором постоянной скорости рекомбинации на неподвижных фазах SE-30 или XE-60 после экстракции из проб органическим растворителем и очистке экстракта на окиси алюминия.

2.I.2. Метрологическая характеристика метода.

Диапазон определяемых концентраций 0,0005-0,006 мкг. Нижний предел определения: вода - 0,02 мг/кг; почва - 0,03-0,05 мг/кг; растения - - 0,05 мг/кг.

Среднее значение определения стандартных растворов пестицидов: 87% (вода), 70% (почва), 67% (растения). Стандартное отклонение: 8, (вода), I0,2% (почва), 5,6% (растения).

Определению керба не мешают: 2,4-Д, 2М-4Х, симазин, атразин, пропазин, прометрин, линурон, арезин, бентазон, диурон.

2.2. Реактивы и растворы.

Ацетон (CH_3COCH_3), ГОСТ 2603-7I, чда.

Хлороформ ($CHCl_3$), чда. ТУ 6-09-4263-76.

Гексан (C_6H_6), МРТУ 6-09-3375-78 хч.

Кислота соляная (HCl), ГОСТ 3II8-77, хч.

Аммиак водный, 25%-ный, ГОСТ 3760-64.

Алюминий окись (Al_2O_3), МРТУ 6-09-5296-68, ч.

Натрий сернокислый, безводный (Na_2SO_4), ГОСТ 4166-76, хч.

Неподвижные жидкие фазы: XE-60 (5%) и SE-30 (5%), нанесенные на хроматон N-AW (0,I6-0,20 мм), УССР.

Азот газообразный, ГОСТ 9293-74, осч.

Стандартный раствор керба в хлороформе: I0 мг кристаллического керба растворяют в мерной колбе в I00 мл хлороформа (массовая

I мл маточного раствора переносят в мерную колбу и доводят до I00 мл хлороформа (рабочий раствор). В I мл рабочего раствора содержится I мкг керба.

2.3. Посуда и приборы.

Аппарат для встряхивания АВУ-I, ТУ 64-I-I08I-73.

Испаритель ротационный ИР-IМ, ТУ 25-II-9I7-74.

Газовый хроматограф "Цвет-I06" с детектором постоянной скорости рекомбинации.

Баня песочная ТУ 46-775-77.

Водоструйный насос КМ I230, ТУ 64-I-86I-72.

Воронки делительные ВД-3-500, ГОСТ 86I3-75.

ВД-3-I000, ГОСТ 86I3-75.

Колбы КН КШ-500-29/52 ТС, ГОСТ I0394-72.

Колбы остродонные ОКШ-50-I4/23 ТС, ГОСТ I0394-72.

Стеклянные бюксы СН 34/I2, ГОСТ 7I48/70.

Колбы мерные ГОСТ I770-74, I00 мл.

Микрошприцы МШ-I0.

2.4. Подготовка к определению.

2.4.I. Подготовка хроматографических колонок и их кондиционирование

Стеклянные колонки моют хромовой смесью, ополаскивают водой, промывают ацетоном, а затем смесью ацетона, хлороформа и гексана в равных объемных отношениях. Колонку просушивают, затем заполняют сорбентом, используя водоструйный насос. Заполненную колонку кондиционируют, не подключая к детектору) I8 час при 250^{0}С (ХЕ-60) и 270^0 С (SE-30).

2.4.2. Отбор проб производится в соответствии с унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов, утвержденными Заместителем Главного Государствен-

ного санитарного врача СССР 21.08.1979 за № 2051-79.

2.5. Проведение определения.

2.5.1. Экстракция.

Вода. 100 мл воды подщелачивают 25% -ным аммиаком (pH 9-10 по универсальному индикатору) и встряхивают в делительной воронке с хлороформом (3 раза по 20 мл) каждый раз в течение 2 мин. Хлороформные экстракты пропускают через бумажный фильтр с безв. Na_2SO_4 и упаривают досуха.

Почва. 10 г мелкоизмельченной и просеянной воздушно-сухой почвы заливают в колбе 100 мл ацетона и настаивают в течение ночи (16-17 час.). Ацетон фильтруют через плотный бумажный фильтр с безводным Na_2SO_4, остаток встряхивают с ацетоном (2 раза по 30 мл) в течение 5 мин. Ацетоновые экстракты переносят на тот же фильтр, затем упаривают досуха.

Растения (зеленая масса люцерны, ботва и клубни картофеля, корни свеклы). 10 г мелкоизмельчённой растительной массы заливают в колбе 100 мл хлороформа и настаивают в течение ночи. Хлороформ пропускают через слой безв. Na_2SO_4, твердый остаток дважды встряхивают с 30 мл хлороформа каждый раз по 5 мин. Экстракты переносят на тот же фильтр и упаривают досуха.

2.5.2. Очистка экстарктов.

Сухие остатки после экстракции почвы и растений (а при сильной загрязненности и воды) растворяют в 2 мл хлороформа и переносят в бюкс, в который помещают 5 г окиси алюминия. Колбу дважды смывают хлороформом по 1 мл и переносят в тот же бюкс. Бюкс помещают на песочную баню, нагретую до 50-60°С и выдерживают до полного улетучивания хлороформа (работать под тягой). Затем стеклянной палочкой тщательно перемешивают сорбент в бюксе. После этого сорбент переносят в делительную воронку, в суженный конец которой помещают тампон из

стеклоткани. Стеклоткань предварительно выдерживают 5-6 час. в конц. серной кислоте, отмывают водой и высушивают.

Для элюирования керба через колонку пропускают 400 мл смеси конц. HCl и воды (I:20 по объему), Скорость вытекания (I00-I20 капель в мин.) регулируют поворотом крана делительной воронки.

Солянокислый раствор подщелачивают 25%-ным раствором аммиака до pH 9-I0 и экстрагируют хлороформом (3 раза по 40 мл), встряхивая каждый раз в течение 2 мин. Объединенные хлороформные экстракты фильтруют через бумажный фильтр с безв. Na_2SO_4 и упаривают на ротационном испарителе досуха в колбочке с оттянутым дном. Колбочку дополнительно продувают теплым воздухом из фена.

2.5.3. Условия хроматографирования.

В коническую колбочку с оттянутым дном, в которой упаривали экстракт, вносят 2 мл ацетона, закрывают стеклянной пробкой и энергично встряхивают I мин. В хроматограф вводят 2-5 мкл ацетонового раствора.

В колбочку с оттянутым дном вносят 0,5-I,0 мкг хлороформного раствора керба (0,5-I,0 мл рабочего раствора). Хлороформ упаривают досуха, продувают теплым воздухом, добавляют 2 мл ацетона и встряхивают I мин. В испаритель вводят 2-5 мкл ацетонового раствора.

Хроматограф "Цвет-I06", детектор постоянной скорости рекомбинации. Шкала ИМТ I0 x $I0^{-I2}$ а, скорость протяжки диаграмной ленты I см/мин. Колонка стеклянная, спиральная, 2000x3,5 мм, заполненная 5% XE-60 или SE-30. Температурный режим для колонки XE-60: температура колонки 230°C, испарителя 250°C, детектора 260°C; для колонки SE-30: температура колонки 200°C, испарителя и детектора 225°C.

Газ-носитель - азот особой чистоты (60 мл/мин), газ для поддува детектора - азот (осч) - I45 мл/мин.

Линейность детектора пределах 0,0005-0,006 мкг. Чувствительность 0,0005 мкг. Время удерживания керба равно 9, 25 мин. (ХЕ-60) и 4,25 мин (SE-30).

2.6. Обработка результатов анализа.

Количественное определение проводят путем сравнения площадей пиков проб и стандартных растворов по формуле:

$$X = \frac{M_{ст.} \cdot S_{пр.} \cdot V_к}{S_{ст.} \cdot V_х \cdot M}$$

где X - содержание керба в пробе (мг/кг)

$M_{ст.}$ - содержание гербицида в стандартном растворе, мкг

$S_{ст.}$ - площадь пика стандартного раствора, $мм^2$

$S_{пр.}$ - площадь пика пробы, $мм^2$

$V_к$ - объем конечного экстракта, в котором растворен сухой остаток, мкл

$V_х$ - объем экстракта, введенного в хроматограф, мкл

M - навеска пробы, г.

2.7. Требования техники безопасности.

При анализе необходимо выполнять требования безопасности, рекомендованные для работы с органическими растворителями, растворами кислот, аммиака и сжатыми газами.

2.8. Настоящие методические указания составлены по материалам Белорусского НИИ защиты растений (канд.биол.наук П.М.КИСЛУШКО).

gost.e-ecolog.ru