

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**

Часть 17-я

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

"УТВЕРЖДАЮ"

Зам. Главного Государственного
санитарного врача СССР

А.И.Заиченко

"22" мая 1985г.

№ 3885-85

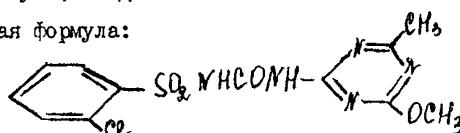
ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ
ДРХ - 4189 (ГЛИН) В ВОДЕ, ПОЧВЕ, РАСТИТЕЛЬНОМ МА-
ТЕРИАЛЕ МЕТОДОМ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ.

I. Характеристика анализируемого пестицида.

I.1. Глин (ДРХ - 4189).

I.2. 2-хлор- / (4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2-ил)-аминокарбо-
нил / бензолсульфамид.

I.3. Структурная формула:



I.4. Эмпирическая формула $C_{12}H_{12}O_4N_5$ Cl, м.м. 357,5.

Хорошо растворим в большинстве органических растворителях и растворах щелочей.

2. Методика определения ДРХ -4189 в воде, почве и растительном
материале методом газожидкостной хроматографии.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Методика основана на определении ДРХ-4189 способом газожидкостной
хроматографии после экстракции гербицида из проо и очистки экстракта.

2.1.2. Метрологические характеристики метода.

Нижний предел детектирования - 0,005 мкг. Чувствительность опреде-
ления : вода - 0,005 мг/л, почва - 0,02 мг/кг, растительный материал -

0,01 - 0,02 мг/кг.

Среднее значение определения стандартных добавок гербицида : вода - 93%, растения - 77,4%, почва - 60%. Стандартное отклонение : 3,10% (вода), 4,39% (растения), 5,10% (почва). Относительное отклонение: 0,03 (вода), 0,06 (растения), 0,08 (почва).

Определению ДРХ-4189 не мешают гербициды группы 2,4-Д, ГХЦГ, 2М-ДХ.

2.2. Реактивы и растворы.

Этилацетат,х.ч. ГОСТ 22300-76.

Ацетон,чда. ГОСТ 2603-79.

Хлороформ,ГОСТ 215-74.

Эфир диэтиловый,мед.

Кислота хлористоводородная,х.ч. ГОСТ ЗИИ8-73.

Гидроксид натрия,х.ч. ГОСТ 4328-77.

Хлорид натрия,чда. ГОСТ 4233-77.

Стандартный раствор ДРХ-4189 в ацетоне (10 мкг/мл).

Обычный раствор диазометана. 2г N -метил- N -(толуолсульфонил)-4-нитро-заметида растворяют в 60 мл диэтилового эфира, к полученному раствору медленно приливают раствор 1г KOH в 10 мл 90%-ного этанола. Смесь отгоняют на ротационном испарителе при 60°C (не подключая вакуум). Полученный желтый раствор диазостетана используют для метилирования.

Полидиэтиленгликоль изофталаат (5%-ный), нанесенный на хроматон N -АМНД (0,100 - 0,125 мм).

Карбовас 20 М (3%), нанесенный на газ-хром Q .

2.3. Приборы и посуда.

Мельница электрическая лабораторная ТУ 16-22-236-79.

Испаритель ротационный ИР-1М, ТУ 25-И1-917-74.

Боронки делительные БД-3-500, ГОСТ 8613-76.

Колбы остродонные ОКШ-50-14/23 ТС, ГОСТ 10394-72.

Колбы мерные, 100 см³, ГОСТ 1770-74.

Микропипетки.

Микрошприц МШ-10.

2.4. Подготовка к определению.

2.4.1. Отбор и подготовка проб.

Отбор проб проводят в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов", утвержденными заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР 21.08.79 г. № 2051 -79.

2.5. Проведение определения.

2.5.1. Экстракция.

Вода. 100-200 мл воды подкисляют до рН 1-2 и трижды экстрагируют хлороформом по 20 - 40 мл. Хлороформный экстракт фильтруют по 20-40 мл. Хлороформный экстракт фильтруют через двойной плотный бумажный фильтр и упаривают на ротационном испарителе при температуре 35-40⁰С до объема 0,1 - 0,2 мл, которые испаряют в токе холодного воздуха.

Растения, почва. Зерно и семена льна предварительно измельчают на электрической мельнице, почву просеивают.

50-100 г растительной массы или почвы настаивают со 100 - 200 мл этилацетата в течение 16 - 18 часов. Экстракт фильтруют через плотный бумажный складчатый фильтр. Остаток ветряхивают дважды с 50 - 100 мл этилацетата в течение 10 минут. Объединенные экстракты упаривают досуха на ротационном испарителе при 35 - 40⁰С. При анализе семян льна упаривают до тех пор, пока в колбе останется неиспаряющийся остаток (5-10 мл). К остатку приливают 50 мл 1%-ного раствора NaOH, насыщенного NaCl и перемешивают. Колбу 2 раза смывают тем же раствором.

Через 5 - 10 мин щелочной раствор фильтруют через складчатый бумажный фильтр, после чего подкисляют до рН 1-2 и экстрагируют трижды

хлороформам (по 40 мл) встряхивая 1 - 2 минуты каждый раз. (Первое встряхивание проводят осторожно, чтобы не образовалась стойкая эмульсия). Хлороформный экстракт пропускают через двойной плотный бумажный фильтр и упаривают досуха.

К сухому остатку в грушевидной колбочке приливают 5 мл эфирного раствора диазометана и выдерживают 30 минут. Затем эфир отгоняют на ротационном испарителе досуха, остаток растворяют в 1 мл ацетона и 1-5 мкл вводят в испаритель.

В колбочку вносят 1 - 5 мкг гербицида, растворитель выдывают и метилируют как описано выше. В испаритель вводят 1 - 5 мкг ацетонового раствора.

2.5.2. Условия хроматографирования.

Хроматографирование проводят при следующих условиях : хроматограф "Цвет - 106" с детектором постоянної скорости рекомбинации, шкала ИМТ = 10×10^{-12} , скорость протяжки диаграммной ленты 1 см/мин. Колонка стеклянная, спиральная 1000 x 3,5 мм, заполненная 5%-ным полидизтиленгликоль изофтальатом на хроматоне K-AW IMTS (0,100-0,125 мм) или 3%-ным карбоваксом 20M на газ-хроме Q. Температура для первой колонки 230°C. Времена удерживания равны соответственно 5 мин 30 сек. и 6 мин 45 сек.

Температура испарителя 230°C, детектора 270°C.

Газ-носитель - азот особой чистоты (60 мл/мин), газ для поддува детектора - азот (ост) - 145 мл/мин.

2.5.3. Обработка результатов анализа.

Для количественного анализа измеряют площадь пиков проб и стандартных растворов. Содержание барнона в пробе расчитывают по формуле:

$$X = \frac{M_{ct} \cdot S_{kp} \cdot V_k}{S_{ct} \cdot V_{kp} \cdot M}$$

где X - содержание глины в пробе, мг/кг или мг/л,

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

$S_{пр}$ - площадь пика пробы, $мм^2$

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

$V_{к}$ - объем конечного экстракта, мл

$V_{хр}$ - объем экстракта, введенный в хроматограф

M - на весах пробы, г.

2.6. Требования техники безопасности.

При анализе необходимо выполнять требования техники безопасности, рекомендованные для работ с органическими растворителями и кислотами, а также соблюдать правила техники безопасности, производственной санитарии, противозаразного режима и личной гигиены при работе в лабораториях (отделениях, отделах) санитарно-эпидемиологических учреждений системы МЗ СССР № 2455 - 81 от 20.10.81г.

2.7. Настоящие методические указания составлены по материалам Белорусского НИИ защиты растений (П.М.Кислушки, А.М.Борисевич).