

**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**

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

хроматографировании препарата (ТСХ, ГЖХ).

2.1.2. Метрологическая характеристика метода

Предел обнаружения, мг/л—0,005

Диапазон измеряемых концентраций, мг/л—0,005—0,5

Метод	Среднее значение определения, %	Стандартное отклонение, %	Относительное стандартное отклонение, %	Доверительный интервал среднего, % при $n=5$ $P=0,95$
ГЖХ	90,8	6,64	3,32	7,31
ТСХ	80,9	4,97	2,48	6,14

2.1.3. Избирательность метода

Определению не мешают наполнители технического препарата.

2.2. Реактивы, растворы, материалы

Ацетон, осч., 9-5 ТУ 6-09-3513-86.

Гексан, х. ч., ТУ 6-09-3375-78.

Натрия сульфат безводный, чда, ГОСТ 4166-76.

Стандартный раствор санмайта, содержащий 100 мкг/мл вещества.

Стандартный раствор санмайта, содержащий 100 мкг/мл вещества, готовят растворением 10 мг препарата в мерной колбе с притертой пробкой в 100 мл ацетона. Хранят в холодильнике не более месяца.

Спирт этиловый, 96%-ный, ГОСТ 5962-81.

Универсальная индикаторная бумага, ТУ 6-09-1181-71.

К методу ГЖХ

Носитель для колонки -Хроматон N-AW с 5% SE-30

Азот особой чистоты, ГОСТ 9293-74, в баллонах с редуктором

К методу ТСХ

О-толидин МРТУ 6-09-6332-75.

Кислота уксусная ледяная, х.ч., ГОСТ 18270-72.

Калия иодид, х.ч., ГОСТ 4232-74.

Калия марганцевокислый, х.ч., ГОСТ 20490-75.

Кислота соляная, х.ч., ГОСТ 3118-77.

Пластины "Silufol" (Хеманол, ЧССР).

Подвижная фаза-ацетон-гексан 1:1.

Проявляющий реактив. Готовят раствор А: 0,2 г о-толидина растворяют в 2 мл уксусной кислоты. Раствор Б- 0,8 г иодида калия растворяют в 2 мл дистиллированной воды. Растворы А и Б смешивают и доводят дистиллированной водой до 100 мл.

Раствор для хлорирования. На дно эксикатора помещают 2-3 г перманганата калия и добавляют 10-15 мл дистиллированной воды. Затем сюда же приливают 8-10 мл концентрированной соляной кислоты.

2.3. Приборы и посуда

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

Водяная баня, ТУ 64-1-425-72.

Колбы конические, емкость 100 мл, ГОСТ 25336-82.

Колбы грушевидные, ГОСТ 25336-82.

Посуда мерная по ГОСТ 1770-74.

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74.

Пипетки на 0,1 мл и 1 мл, ГОСТ 20292-74.

Воронки химические, ГОСТ 25336-82.

Воронки делительные, ГОСТ 25336-82.

К методу ГЖХ

Хроматограф с детектором постоянной скорости рекомбинации (типа

Цвет, Газохром или др.)

Микрошприц, МШ-10, ТУ 283-3-106.

Колонка хроматографическая, стеклянная, длина 1 м, внутренний диаметр 3 мм.

К методу ТСХ

Камера хроматографическая, ГОСТ 25336-82.

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 25336-82.

2.4. Подготовка к определению

2.4.1. Отбор проб

Отбор проб осуществляется в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов", утвержденными Минздравом СССР, № 2051-79 от 21.08.79 г.

2.5. Проведение определения

2.5.1. Экстракция и очистка

Пробу анализируемой воды объемом 500 мл (рН воды равен 7 по универсальной индикаторной бумажке) помещают в делительную воронку на 1000 мл и экстрагируют санмайт дважды гексаном порциями по 30 мл. Вод-ногексановую смесь в воронке встряхивают в течение 5 мин. Для лучшего расслаивания водной фазы и растворителя в воронку пипеткой вносят 1 мл 96%-ного этилового спирта. Объединенный гексановый экстракт сушат безводным сульфатом натрия (примерно 1 столовая ложка) и отгоняют растворитель до объема 0,2-0,3 мл.

2.5.2. Определение методом ГЖХ

Остаток растворителя тщательно удаляют в токе воздуха. Сухой оста-

ток растворяют в 1 мл ацетона и вводят в хроматограф 4 мкл.

Условия хроматографирования

Длина колонки -1 м

Диаметр колонки -3,5 м

Твердый носитель Хроматон N-A-W

Жидкая фаза -5% SE-30

Температура колонки -220⁰С

Температура испарителя -240⁰С

Температура детектора -260⁰С

Газ-носитель -азот

Скорость потока газа-носителя-60 мл/мин

Скорость диаграммной ленты-240 мм/ч

Объем вводимой пробы -4 мкл

Время удерживания - 5 мин

Нижний предел детектирования - 1 нг

Количественное определение проводят методом расчета по соотношениям высота пика-концентрация. Для этого до и после анализа проб вводят в хроматограф по 4 мкл стандартного раствора, измеряют высоту пиков и вычисляют среднее арифметическое из 3-х определений. Если при введении в хроматограф аликвотной части (4 мкл) конечного экстракта его концентрация превышает линейный диапазон детектирования, пробу разбавляют.

Концентрацию препарата (X) в мг/л воды вычисляют по формуле:

$$X = \frac{C_{\text{ст}} \cdot V_{\text{ст}} \cdot h_{\text{пр}} \cdot V_{\text{общ}}}{V_{\text{пр}} \cdot h_{\text{ст}} \cdot P}, \text{ где}$$

$C_{\text{ст}}$ - концентрация санмайта в стандартном растворе, введенном в хроматограф, мкг/мл;

$V_{ст}$ —объем пробы стандарта, введенный в хроматограф, мкл;

$h_{пр}$ —высота пика пробы, мм;

$V_{общ}$ —общий объем пробы, мл;

$V_{пр}$ —объем пробы, введенный в хроматограф, мкл;

$h_{ст}$ —высота пика стандарта, мм;

P —навеска пробы, мл.

2.5.3. Определение методом ТСХ

Раствор пробы после упаривания с помощью капилляра или микропипетки количественно наносят на пластинку "Silufol" так, чтобы диаметр пятна не превышал 1 см. Стенки колбы смывают несколькими каплями растворителя, который наносят в центр пятна. Рядом с пробой наносят стандартные растворы, содержащие 1, 2, 5, 10 мкг препарата, после чего пластинку помещают в хроматографическую камеру. После подъема фронта смеси растворителей ацетон:гексан 1:1 на 10 см, пластинку вынимают из камеры, сушат на воздухе, помещают в эксикатор с раствором для хлорирования (на 5 мин). Пластинку вынимают из эксикатора, выдерживают на воздухе до полного выветривания хлора (больше 1 часа) и опрыскивают проявляющим раствором — раствором о-толидина. Препарат проявляется в виде темно-фиолетового пятна. Нижний предел обнаружения — 1 мкг. Величина $R_F=0,58$.

Концентрацию санмайта (X) в воде в мг/л вычисляют по формуле:

$$X = \frac{A}{P}, \text{ где}$$

A —количество санмайта, найденное в хроматографируемой пробе, мкг;

P —навеска анализируемой пробы, мл.

3. Требования безопасности

Выполняются в соответствии с "Правилами устройства, техники безо-

безопасности, производственной санитарии, противопожарного режима и личной гигиены при работе в лабораториях (отделениях, отделах) санэпид учреждений системы МЗ СССР № 2255-81 от 20.10.81.