

**Министерство сельского хозяйства
Российской Федерации**

**Государственная комиссия
по химическим средствам борьбы
с вредителями, болезнями растений и сорняками**

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

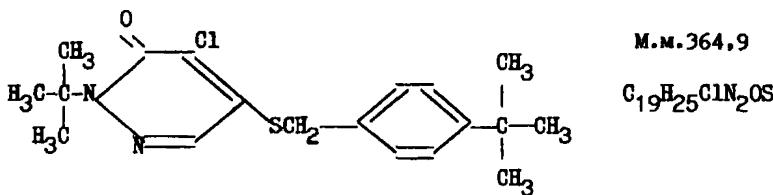
**ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ
ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ,
КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ**

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

УТВЕРЖДЕНО
МИНИСТЕРСТВОМ ЗДРА-
ВООХРАНЕНИЯ СССР
"29" ИЮЛЯ 1991 г.
№ 6206-91

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ КОНЦЕН-
ТРАЦИИ САНМАЙТА В ВОДЕ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ

1. Краткая характеристика препарата



Санмайт-4-хлор-2(1,1-диметилэтил)-5/// 4-(1,1диметилэтил/-
/-фенил/метил/тио-3(2Н)-пиридазин-
белое, кристаллическое вещество с температурой плавления 111-112⁰С. Легко
растворим в ацетоне, хлороформе, растворим в спирте, бензоле, нерастворим в
воде. Устойчив при комнатной температуре. Разлагается при сильном УФ-облу-
чении.

2.1. Принцип метода

Метод основан на извлечении санмайта из воды гексаном и дальнейшем

Разработчики: Кузнецова Е.М., Гиренко Д.Б., ВНИИГИТОКС, г. Киев.

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 юдид,х.ч.,ГОСТ 4232-74.

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

Кислота соляная,х.ч.,ГОСТ 3118-77.

Пластинки "Silufol" (Хемапол,ЧССР).

Подвижная фаза-ацетон-гексан 1:1.

Производящий реагент.Готовят раствор А: 0,2 г о-толидина растворяют в 2 мл уксусной кислоты.Раствор Б- 0,8 г юдода 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,емкостью 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.)

Микрошициц, 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 бумаге) помещают в делительную воронку на 1000 мл и экстрагируют санитайт дважды гексаном порциями по 30 мл. Водно-гексановую 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 ГХХ

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 аликовотной части (4 мкл) конечного экстракта его концентрация превышает линейный диапазон детектирования, пробу разбавляют.

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

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

$C_{ст}$ - концентрация сэнмайта 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 уперивания 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-

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