

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ  
ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ  
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНИКАМИ

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
по определению микроколичеств  
пестицидов в продуктах питания,  
кормах и внешней среде**

н. 16 , р. ІІ

Данные методики апробированы и рекомендованы  
в качестве официальных Группой экспертов при Госкомиссии  
болезнями растений и сорняками

## УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного Государственного  
санитарного врача СССР

А.И.ЗАМЧЕНКО

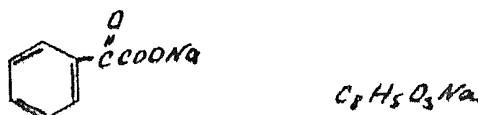
"31" июля 1984 г.

№3073

Временные методические указания по определению  
действующего вещества препарата А-І методом ГХ  
в воде, почве и растительном материале

## I. Краткая характеристика препарата

Натриевая соль бензоилмуравиной кислоты д.в. препарата А-І /92%.  
В препарате содержится и натриевая соль бензойной кислоты/8%.



Молекулярная масса 172.

А-І - белое или слегка с желтоватым оттенком кристаллическое вещество, без запаха. Растворимость /г/100мл при 20 °С/: в воде - 41,0, в этаноле - 2,0, ксилоле - 0,05, ацетоне - 0,04, в хлороформе практически нерастворим.

МДУ и ЦДК не установлены.

Препарат А-І применяется в качестве стимулятора роста хлещатника путем предпосевной замочки семян хлещатника.

2. Методика определения действующего вещества препарата А-І в воде, почве, растительном материале газохроматографическим методом

2.1. Основные положения  
2.1.1. Принцип метода

Метод основан на извлечении бензоилмуравиной кислоты из анализируемого объекта диэтиловым эфиром и последующем определением в виде метилового эфира на газовом хроматографе с использованием пламенно-ионизационного детектора.

### 2.1.2. Метрологическая характеристика метода

Диапазон определяемых концентраций: для воды - 0,05 - 4,0 мг/л; для почвы - 0,4 - 4,0 мг/кг; для растительного материала - 0,5 - 4,0 мг/кг.

Предел обнаружения в хроматографируемом объеме: для воды - 2,5 мг; для почвы - 4 мг; для растительного материала - 10 мг.

Среднее значение определения стандартных количеств /С/ при  $n=5$  для воды 90%, стандартное отклонение  $S_C = 8,04$ , относительное стандартное отклонение  $\delta_C = 8,9\%$ , доверительный интервал среднего при  $p=0,95$  и  $n=5$   $|E_{n,k}| = \pm 9,9\%$ , соответственно аналогичные характеристики для почвы: С - 85%,  $\delta = 12,06$ ,  $\delta_k = 14,1\%$ ,  $E_{n,k} = \pm 14,9\%$ ; для растительного материала: С - 82%,  $\delta = 14,47$ ,  $\delta_k = 17,6\%$ ,  $E_{n,k} = \pm 17,9\%$ .

### 2.1.3. Избирательность метода

Низкие стимуляторы роста, применяемые на хлопчатнике /никс, тур/ определение препарата А-І не мешают.

## 2.2. Реактивы и материалы

Бензоймуравьинная кислота, х.ч.

Соляная кислота, ч.д.а., ГОСТ 3118-77

Дистилльный эфир /медицин./ ферн.

Батрий серноокислый безводный, ч.д.а., ГОСТ 4166-76

Серная кислота, ч.д.а., ГОСТ 4204-77

Метиловый спирт, ч.д.а., ГОСТ 6995-77

Гидразин-гидрат, ч.д.а., ГОСТ 5832-65

Калий едкий, осн, ОСТ 6-01-301-74

Хлороформ, х.ч., ГОСТ 215-74

Фильтры фазовольфрама, ТУ 6-09-1678-77

Стандартные растворы метилового эфира бензоймуравьинной кислоты в хлороформе с содержанием 0,5, 5, 10, 25, 50, 100 мкг/мл.

Наполнитель для хроматографической колонки: хроматон N-AW силикагелевый ГМС с 10% Е-301.

### 2.3. Приборы, аппаратура и посуда

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором

Стеклянная хроматографическая колонка 3 x 3000 мм

Водяная баня, ТУ 46-22-587-75

Цилиндры мерные на 250, 100, 25 мл, ГОСТ 1770-74

Делительные воронки на 100 мл, ГОСТ 8613-75

Колбы конические на 250 мл, ГОСТ 10394-72

Аппарат Сокслета, ГОСТ 9777-74

Колбы мерные, на 100, 50, 25 мл, ГОСТ 1770-74

Прибор для получения диазометана /рис. I/

Колбы круглодонные для отгонки растворителей, на 250 мл, ГОСТ 10394-72

Прибор для отгонки растворителей, ТУ 25-II-917-74, тип ИР-1

Микрошиприц, МШ-10

2.4. Отбор проб производится в соответствии с унифицированными правилами отбора проб, утвержденных Минздравом СССР 21.03.1979 г. №2051-79.

### 2.5. Получение диазометана.

В реакционную колбу прибора для получения диазометана /рис. I/, помещают 6 г едкого кали, 3 мл метанола и 3 мл гидразин-гидраты. В приемную колбу наливают 50 мл диэтилового эфира. Из капельницы подают хлороформ со скоростью 1 капли за секунду. Окончание реакции получения диазометана определяют по появлению красно-буровой окраски реакционной смеси или по выделению белых паров в реакционной колбе. Эфирный раствор диазометана интенсивно желтого цвета предпочтительнее применять свежеполученным, но можно хранить 3-5 дней в темной склянке на холодае.

### 2.6. Проведение определения

#### 2.6.1. Экстракция из воды

Пробу воды в 250 мл концентрируют на ротационном испарителе до 25-30 мл, к охлажденному раствору в делительной воронке добавляют 1 мл соляной кислоты и встряхивают 5 минут. Выделившуюся кислоту экстрагируют 100 мл /5 x 20 мл/ диэтилового эфира. Объединенные эфирные вытяжки сушат над безводным сульфатом натрия и отгоняют растворитель на ротационном испарителе до объема 3 - 5 мл.

### 2.6.2. Экстракция из почвы

К навеске почвы в 50г добавляют 50мл диэтилового эфира, 1мл разбавленной /1:1/ серной кислоты и встряхивают 5 минут, экстракт фильтруют и повторяют извлечение ещё 4 раза эфиром, порции по 25мл и соответствующим количеством разбавленной серной кислоты. Собранные экстракты сушат над безводным сульфатом магния, фильтруют и отгоняют эфир до объема 3-5мл.

### 2.6.3. Экстракция из семян хлопчатника

Навеску в 25г измельчают и помещают в патрон из фильтровальной бумаги, который вкладывают в аппарат Сокслета и экстрагируют с 200-250мл диэтилового эфира и 3мл разбавленной /1:1/ серной кислоты. Экстракции продолжают 2 часа. Полученный экстракт сушат над безводным сульфатом магния, фильтруют и отгоняют эфир до объема 3-5мл.

### 2.6.4. Метилирование

К концентратам экстрактов добавляют 0,5-1мл метанола и 3-5мл эфирного раствора дигазометана. Метилирование обычно длится 10--15 минут в колбочке с пришлифованной пробкой. По окончании метилирования избыток дигазометана удаляется током азота и отгоняют растворитель. Полученный метиловый эфир разбавляют хлороформом до 5мл в мерной посуде и далее хроматографируют.

### 2.6.5. Условия хроматографирования

Хроматограф с ДИП, рабочая шкала электрометра - 10<sup>-10</sup> а, скорость протяжки ленты самописца - 720мм/час, колонка стеклянная 3х300мм, наполнитель колонки-хроматогель /~ 10% силианизированный ГМДС с 10% Е - 30I /размеры частиц 0,20-0,25мм/, температура испарителя -300 °C, температура терmostата колонок -140 °C, газ-носитель-азот, скорость азота - 45мл/мин, водорода - 55мл/мин, воздуха - 360мл/мин, вводимые в испаритель объемы - 1мл, абсолютное время удерживания метилового эфира бензойной кислоты - 3мин, бензойную уральную кислоты - 10мин.

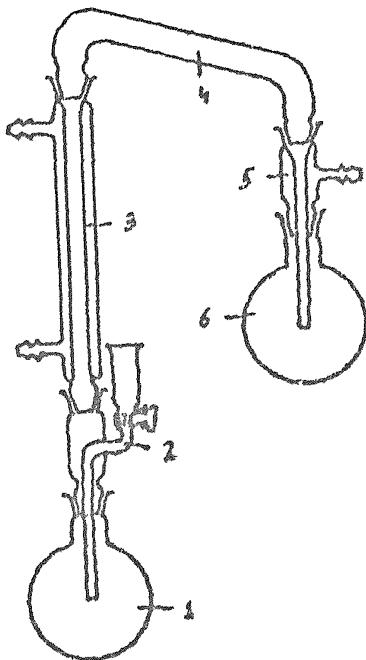


Рис. I. Прибор для получения диязометана.

1. реакционный сосуд
2. переходник с калельницей
3. холодильник Либика
4. П-образный переходник
5. переходник с отводом
6. приемная колба.

### 2.7. Обработка результатов анализа

Содержание д.в. препарата А-І определяют методом соотношения со стандартом по площади пика.

Концентрацию д.в. препарата А-І в анализируемой пробе (Х мг/л или мг/кг) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{C \cdot S_2 \cdot V_2}{S_1 \cdot V_1 \cdot P} K , \text{ где}$$

С - количество метилового эфира бензоилмуравьиной кислоты в стандартном растворе, введенном в хроматограф, мкг;

$S_1$  - площадь пика стандартного раствора, введенного в хроматограф,  $\text{мм}^2$ ;

$S_2$  - площадь пика препарата в хроматографируемом объеме,  $\text{мм}^2$ ;

$V_1$  - объем экстракта введенного в хроматограф, мкл;

$V_2$  - общий объем экстракта в хлороформе, перед хроматографированием, мл;

Р - навеска или объем анализируемой пробы, г/мл;

К - коэффициент дерерачета метилового эфира в натриевую соль бензоилмуравьиной кислоты (1,05).

### 3. Требование безопасности

Соблюдать правила предосторожности необходимые при работе с ядовитыми и взрывоопасными веществами. Обратить особое внимание на стадию получения диазометана, обладающего высокой токсичностью и взрывоопасностью.

### 4. Методические указания подготовлены:

Азизовым У.М. (ВНИИХТИМП - г.Ташкент),

Буянятином Ю.А., Саркисяном Г.Г. (филиал ВНИИГИТОКС"а, г.Ереван).

Методики апробированы в Институте физиологии растений АН УССР, г.Киев и в Узбекском НИИ санитарии, гигиени и профзаболеваний МЗ УзССР