

**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**

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

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

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

Москва- 1987 г.

Настоящие методические указания предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и научно-исследовательских учреждений Минздрава СССР, а также ветеринарных, агрохимических, популяционно-токсикологических лабораторий Госагропрома СССР и лабораторий других Министерств и ведомств, занимающихся определением остаточных количеств пестицидов и биопрепаратов в продуктах питания, кормах и внешней среде.

Срок действия временных методических указаний истекает одновременно до утверждения гигиенических нормативов.

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

Методические указания согласованы и одобрены Лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

#### РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

Л. Г. Александрова, Д. Б. Гиренко, А. А. Калашникова (зам. председателя),  
М. А. Клисанко (председатель), Г. Н. Кароткова, В. Б. Кривачук,  
Г. А. Хохолькова, А. М. Шмидтина.

## УТВЕРЖДАЮ:

Зам. Главного Государственного  
гг санитарного врача СХР

А.И. ЗАМЧЕНКО

" 27 " апреля 1984 г.  
N 3010-84

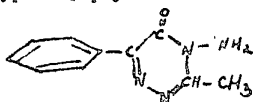
Временные методические указания по  
определению голтикса в воде, почве  
и растениях методом тонкослойной  
хроматографии.

# 1. Характеристика анализируемого пестицида.

Голтикс ( метамитрон ) - гербицид, рекомендуемый фирмой  
Балер ( ФРТ ) для прополки посевов сахарной, кормовой и ото-  
ловой овесом. Эффективен в до- и послевсходовый период против  
двудольных и некоторых злаковых сорняков.

Химическое название: 3-метил-4-амино-6-фенил-1,2,4-три-  
азин-5-(4H)-ОН.

Структурная формула:



Молекулярная масса 202, температура плавления 166,6°C.  
Растворимость в %: вода - 0,18; метилхлорид, циклогексан -  
I - 5; изопропанол, толуол - до I. Давление паров I и 10<sup>-4</sup>  
мм рт.ст. ( при 20 - 70°C ).

Малотоксичен для теплокровных ( ДД<sub>50</sub> для крыс 3320 мг/кг ).

## 2. Описание методики определения голтикса в воде, почве и растениях.

## 2.1. Основные положения.

### 2.1.1. Принцип метода.

Методика основана на тонкослойнохроматографическом определении голтикса после экстракции его из пробы органическим растворителем и очистки экстракта путем перераспределения между двумя несмешивавшимися фазами.

### 2.1.2. Метрологическая характеристика метода.

Нижний предел детектирования - 0,2 мкг. Чувствительность определения: вода - 0,05 - 0,1 мг/л; почва - 0,1 - 0,2 мг/кг; корни свеклы - 0,1 мг/кг. Среднее значение определения стандартных растворов гербицида: вода - 82,5%; почва - 80%; корни свеклы - 70,2%. Стандартное отклонение: 5,0% ( вода ); 8,5% ( почва ); 6,4% ( корни свеклы ). Относительное стандартное отклонение: 0,06 ( вода ); 0,11 ( почва ); 0,09 ( корни свеклы ).

Определения голтикса не мешают бетанал, ленацил, пирамин, ТХЛ, метафос.

### 2.2. Реактивы и растворы.

Ацетон (  $\text{CH}_3\text{COOCH}_3$  ), ГОСТ 2603-79, чда.

Гексан (  $\text{C}_6\text{H}_{14}$  ), ТУ 6-49-3373-78, хч.

Этилацетат (  $\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$  ), ГОСТ 22300-76, хч.

Хлороформ (  $\text{CHCl}_3$  ), медицинский.

Бензол (  $\text{C}_6\text{H}_6$  ), ГОСТ 5955-78, чда.

Этанол (  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$  ), ректификат, ГОСТ 5962-81.

Кислота серная (  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ), ГОСТ 4204-77, чда.

Натрий сернокислый, безводный (  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  ), хч. ГОСТ 4166-76

Стандартные растворы голтикса в гексане, содержащие 10, 50 и 100 мкг/мл препарата. Стандартные растворы хранятся в темном прохладном месте в течение двух месяцев без заметного

разложения.

Проявляющий реактив: 2%-ный водный раствор азотнокислого серебра.

### 2.3. Посуда и приборы.

Аппарат для встряхивания АВУ-1, ТУ 64-1-1081-73.

Микроизмельчитель тканей РТ-2, ТУ 64. 1-1505-73.

Испаритель ротационный ИР-14, ТУ 25-11-917-74.

Источник УВ-света ( лампа типа ПРК-4 ).

Хроматоскоп,

Сито металлическое с диаметром отверстий 1 мм,

Водоструйный насос КМ 1230, ТУ 64-1-861-72.

Воронки делительные ВД-3-500, ГОСТ 8613-75.

Колбы Кн КШ-500-29/32 ТС, ГОСТ 10394-72.

Колбы остродонные ОКШ-50-14/29 ТС, ГОСТ 10394-72.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, 100 мл.

Микропипетки на 0,1 мл.

Пластины для тонкослойной хроматографии *Silufol*

### 2.4. Подготовка к определению.

#### 2.4.1. Отбор и подготовка проб.

Отбор проб на анализ проводят в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов" № 2051-79.

Для анализа воды отбирают средний образец не менее 1 - 2 л, при необходимости фильтруют.

Средний образец почвы ( 1 - 2 кг ) сушат до воздушно-сухого состояния, растирают, просеивают через сито.

Из среднего образца дорней свеклы вырезают полоски в продольном направлении и измельчают ножом.

## 2.5. Проведение определения.

### 2.5.1. Экстракция.

Вода. 20 ~ 50 мл воды трижды экстрагируют этилацетатом порциями по 20 ~ 50 мл. Органический растворитель пропускают через фильтр со слоем безводного сернистого натрия и упаривают досуха на ротационном испарителе при температуре не выше 40°C.

Почва. 20 г почвы встряхивают в течение 60 мин. со 100 мл смеси ацетона и воды ( 1 : 3 по объему ). Экстракт фильтруют через бумажный фильтр, остаток дважды встряхивают с водным ацетоном в течение 10 мин. Экстракты объединяют и реконстригируют этилацетатом 3 x 50 мл, встряхивая каждый раз в течение 2 мин. Этилацетат осушают безводным сернистым натрием и упаривают досуха.

20 г проб

Корни свеклы. Гомогенизируют 50 мл смеси ацетон ~ вода ( 1 : 3 ) в микрозмельчителе тканей в течение 2 мин. Растворитель декантируют и фильтруют через слой ваты, твердый остаток повторно гомогенизируют 2 мин. с водным ацетоном и фильтруют через слой ваты. Дальше поступают как при анализе почвы. Чтобы предотвратить образование стойкой эмульсии встряхивание с этилацетатом ( особенно первые два раза ) необходимо проводить осторожно.

### 2.5.2. Хроматографирование.

Сухие остатки растворяют в 2 мл гексана, растворитель упаривают до 0,5 ~ 1 мл под струей холодного воздуха ( точный

объем экстракта измеряют пипеткой) и аликвоту (0,05 - 0,1 мл) переносят в одно пятно на пластину. Рядом наносят стандартные растворы, содержащие 1, 5 и 10 мкг голтикса. Пластины хроматографируют в любой из трех систем подвижных растворителей / в скобках указан  $R_f$  голтикса:

1. Бензол - ацетон 2 : 1 (0,5)
2. Хлороформ - ацетон 2 : 1 (0,5)
3. Хлороформ - этанол 9 : 1 (0,45) /.

После хроматографирования пластину подсушивают до полного улетучивания органических растворителей, затем просматривают под хроматоскопом. Голтикс обнаруживается в виде темно-синих пятен на желтом флуоресцирующем фоне.

В качестве проявляющего реактива используют также 2%-ный водный раствор азотнокислого серебра. После хроматографирования пластину опрыскивают проявляющим раствором и помещают на 10 - 15 минут под источник УФ-света. При наличии в пробе голтикса на сером фоне проявляются коричневые пятна,  $R_f$  которых совпадает с  $R_f$  пятен стандартных растворов.

## 2.6. Обработка результатов анализа.

Количество голтикса в пятне определяют путем сравнения размера пятен проб и стандартов.

Содержание голтикса в пробе рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{A}{P} \cdot$$

- где: X - содержание голтикса в пробе, мкг/кг или мкг/л;  
 A - количество гербицида, найденное путем сравнения со стандарт. ами, мкг;  
 P - масса (объем) пробы в г (мл).



## 2.7. Требования техники безопасности.

При анализе необходимо выполнять требования техники безопасности, рекомендованные для работ с органическими растворителями и кислотами.

2.8. Настоящие методические указания составлены по материалам Белорусского НИИ защиты растений ( П.М. КИСЛУШКО, А.М. БОРИСЕВИЧ ).