

**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 по болезням растений и сорнякам

Москва - 1987 г.

Настоящие методические указания пред назначены для санитарно-эпидемиологических станций и научно-исследовательских учреждений Минздрава СССР, а также ветеринарных, агрономических, колхозально-технических лабораторий Госагропрома СССР и лабораторий других Министерств и ведомств, занимающихся определением остаточных количеств пестицидов и биопрепаратов в продуктах питания, кормах и пищевой среде.

Срок действия временных методических указаний устанавливается до утверждения гигиенических нормативов.

Методические указания одобрены 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.Калашник (зам. председателя),
М.А.Кышсанто (председатель), Г.И.Изроткова, В.Е.Кривачук,
Г.А.Хохольская, А.М.Шмитгудина.

УТВЕРДЛАО:

Зам. Главного Государственно-
го санитарного врача СССР

А.И. ЗАИЧЕНКО

"27 " апреля 1984 г.
№ 3010-84

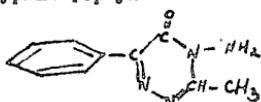
Временные методические указания по
определению голтикса в воде, почве
и растениях методом тонкослойной
хроматографии.

I. Характеристика анализируемого пестицида.

Голтикс (метамитрон) - гербицид, рекомендуемый фирмой
Балер (ФРГ) для прополки посевов сахарной, кормовой и ото-
ловой свеклы. 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-(4Н)-ОН.

Структурная формула:



Молекулярная масса 202, температура плавления 166,6°C.
Растворимость в %: вода - 0,18; метиленхлорид, циклогексан -
1 - 5; изопропанол, толуол - до 1. Давление паров 1 × 10⁻⁴
мм рт.ст. (при 20 - 70°C).

Малотоксичен для теплокровных (LD₅₀ для крыс 350 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 голтикоса после экстракции его из пробы органическим растворителем и очистки экстракта путем перераспределения между двумя несмешивающимися 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).

Определение голтикоса не мешают бетанал, ленацил, пирамин, ТХЛ, метафос.

2.2. Реактивы и растворы.

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

Гексан (C_6H_{14}), ТУ 6-49-3373-78, хч.

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

Хлороформ (CHCl_3), медицинский.

Бензол (C_6H_6), ГОСТ 5955-78, чда.

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

Кислота серная (H_2SO_4), ГОСТ 4203-77, чда.

Натрий сернокислый, безводный (Na_2SO_4), хч. ГОСТ 4166-76

Стандартные растворы голтикоса 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 реагент: 2%ный водный раствор азотнокислого серебра.

2.3. Посуда и приборы.

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

Микроизмельчитель тканей РТ-2, ТУ 64. К-1505-33.

Испаритель ротационный ИР-ДИ, ТУ 25-И-917-74.

Источник УФ-света (лампа типа ПРК-4).

Хроматоскоп,

Сито металлическое с диаметром отверстий 1 мм.,

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

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

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

Колбы остродонные ОКШ-50-14/23 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" Б 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 корней 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 сернокислого 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. Экстракти объединяют и реэкстрагируют этилацетатом 3 х 50 мл, встряхивая каждый раз в течение 2 мин. Этилацетат осушают безводным сернокислым натрием и упаривают досуха.

Корни свеклы. Гомогенизируют 50 мл смеси ацетон + вода (1 : 3) в микромельчитеle 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. Далее поступают как при анализе почвы. Чтобы предотвратить образование стойкой эмульсии встряхивание с этилацетатом (особенно первые два раза) необходимо проводить естородно.

2.5.2. Хроматографирование.

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

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

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 белом флуоресцирующем фоне.

В качестве проявляющего реагента 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 голтикаса на сером фоне проявляются коричневые пятна, R_f которых совпадает с R_f пятен стандартных растворов.

2.6. Обработка результатов анализа.

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

Содержание голтикоса в пробе расчитывают по формуле:

$$X = \frac{A}{P} \cdot 10^3$$

где: X - содержание голтикоса в пробе, мг/кг или мг/л;

A - количество гербицида, найденное путем сравнения со стандартами, 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.И. БОРИСЕВИЧ).