

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-химикологических лабораторий Госагропрома СССР и лабораторий других Министерств и ведомств, занимающихся определением остаточных количеств пестицидов и биопрепаратов в продуктах питания, кормах и вспомогательной 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.Кищенко (председатель), Г.И.Изроткова, В.Е.Кривачук,
Г.А.Хохолькова, А.М.Шмидтова.

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного Государственного санитарного врача СССР

А.И.Зайченко

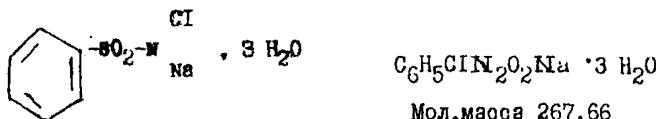
" 27 " апреля 1984 г.

№ 3009-84

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ
ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ АРИЛОНА ПО БЕНЗОЛСУЛЬФОНАМИДУ
В ЗЕРНАХ ХЛОПКА И МАСЛЕ, ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИЕЙ

I. Краткая характеристика препарата

Арилон (хлорамин Б) - криоталлогидрат натриевой соли бензолсульфонамида. Арилон показал хорошие результаты в качестве антисептика на хлопке.



Арилон хорошо растворим в воде и водных растворах щелочей. При нагревании выше 150°С разлагается с выделением газообразных продуктов разложения (HCl, Cl₂). В водных и кислых растворах нестабилен, в течение нескольких минут разлагается до бензолсульфонамида.

МДУ арилона в хлопке не установлено.

2. Методика определения арилона в зернах хлопка
тонкослойной хроматографией

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Метод основан на извлечении арилона в виде бензолсульфонамида из анализируемого объекта этилацетатом, перераспределении в солянокислый раствор, а затем, последующего извлечения - в этилацетат и определении тонкослойной хроматографией.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода

Диапазон измеряемых концентраций 0,35-1,00 мг/кг по арилону.

Предел обнаружения 1 мкг в хроматографируемой пробе по бензолсульфонамиду, 1,7 мкг по арилону.

Предел обнаружения 0,2 мг/кг по бензолсульфонамиду, 0,35 мг/кг по арилону.

Среднее значение определения стандартных количеств арилона \bar{x} при $n = 15$ 79,0%.

Стандартное отклонение S при $n = 15 \pm 6,5\%$.

Доверительный интервал среднего при $p=0,95$ и $n = 5$ 79,0 \pm 8,2%.

Размах вариирования R 75,0-83,0%.

2.1.3. Избирательность метода

Метод селективен. Пестициды применяемые на хлопчатнике, в том числе хлор-, и фосфорогеннические определению не мешают.

2.2. Реактивы и растворы.

Ацетон, оч, ГОСТ 2603-79, свежеперегнанный.

Этилацетат, хч, ГОСТ 22300-76, свежеперегнанный.

Бензол, чда, ГОСТ 5955-75.

Хлороформ, хч, ГОСТ 20015-74.

Гексан, хч, ТУ 6-09-3375-78.

Na_2S_0_4 , хч, ГОСТ 4166-76, безводный.

KMnO_4 , хч, ГОСТ 4220-75.

о-толидин, ч, ТУ 6-09-2992-73.

КУ, полистый кали, хч, ГОСТ 4232-74.

Соляная кислота, фиксирован, оч, ГОСТ 14261-77.

KOH, едкое кали, тех, ГОСТ 9285-78.

Уксусная кислота, оч, ГОСТ 18270-72, ледянная.

Проявляющий реагент. Растворяют 0,16 г о-толидина в 30 мл уксусной кислоты, доводят до 500 мл водой и прибавляют 1 г КУ. Раствор хранить в темном месте.

Хлорирующая смесь. Смешивают равные объемы 1,5%-ного раствора KMnO_4 и 10%-ного раствора HCl. Смесь в чашечке Петри помещают на дно хлорирующей камеры с притертой кривчкой. Для этой цели обычно достаточно 10-12 мл хлорирующей смеси.

Стандартные растворы бензолсульфонамида в ацетоне с содержанием 100 и 10 мкг/мл. Раствор А с содержанием 100 мкг/мл готовят растворением 10 мг бензолсульфонамида, помещенного в мерную колбу на 100 мл, в ацетоне. Для приготовления раствора Б из раствора А пипеткой отбирают 10 мл, переносят в мерную колбу на 100 мл и доводят до метки ацетоном. Растворы А и Б стабильны при хранении в холодильнике в течение одного месяца.

2.3. Циркуляры, аппаратура и посуда.

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

Ротационный вакуумный испаритель ИР-1 или аналогичный с набором колб, ТУ 25-И-917-76

Делительные воронки, ГОСТ 8613-75, на 250 мл.

Стеклянные пульверизаторы, ГОСТ 10391-74

Мерные колбы, ГОСТ 1770-74, на 100 мл.

Пипетки, ГОСТ 20292-77, на 10, 15 и 2 мл.

Кофейная мельница.

Пробирки с пробками на фликах, ГОСТ 10515-75, на 10 мл.

Круглодонные колбы, ГОСТ 10394-72, на 100 и 250 мл.

Плоскодонные колбы, ГОСТ 10394-72, на 100, 500 мл.

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74, на 100 мл.

Камера хроматографическая, ГОСТ 10565-74

Камера хлорирующая, ГОСТ 11413-70

Чашечки Петри, ГОСТ 19908-74.

Микроприц на 100 мкл. ТУ 562.853.024

Пластиинки Силуфол, 150x150 мм, ЧССР.

2.4. Подготовка к определению.

Хроматографические камеры насыщают за час до начала хроматографирования.

2.5. Отбор проб.

Отбор проб зерен хлопка проводят в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов", утвержденными Минздравом СССР 21 августа 1979, № 2051-79.

2.6. Подготовка проб к анализу.

Зерна хлопка измельчают на кофейной мельнице до консистенции муки грубого помола. Для определения берут пробы массой 10 г.

2.7. Проведение определения

Навеску анализируемого образца помещают в плоскодонную колбу на 500 мл, заливают 75 мл перегнанного этилацетата и экстрагируют на механическом встряхивателе в течение 30 мин. Экстракт фильтруют через бумажный фильтр в круглодонную колбу на 250 мл. Экстракцию повторяют еще два раза, используя каждый раз по 50 мл этилацетата. Объединенный этилацетатный экстракт концентрируют о помощью ротационного вакуумного испарителя до объема 2 мл. К остатку в колбе приливают 15 мл 0,1н НСI и фильтруют полученный раствор через бумажный фильтр в делительную воронку на 250 мл. Колбу тщательно промывают 0,1н НСI порциями по 15 и 30 мл и также фильтруют полученные растворы в делительную воронку. В результате жир остается на бумажном фильтре. Если делительная воронка все-таки испачкалась жиром, солянокислый экстракт переносят в другую воронку, при этом жир остается на стеклах первой воронки. Далее к экстракту добавляют 1,25 мл и КОН до рН=7, Бензолсульфонамид извлекают экстракцией этилацетатом, порциями по 30 мл три раза. Экстракт сушат над безводным сульфатом натрия (15-20г), фильтруют и концентрируют о помощью ротационного вакуумного испарителя до объема 1 мл. Остаток количественно переносят ацетоном в градуированную пробирку на 10 мл. В пробирку помещают заплавленный в верхней части стеклянний капилляр и ее содержимое концентрируют на горячей водяной бане до 1 мл. На пластинку наносят микрошприцем 100 мкл. Параллельно на пластинку наносят серию стандартных растворов бензолсульфонамида с содержанием 0,1; 0,2; 0,3; 0,5 мкг, что соответствует 10, 20, 30 ... 50 мкл стандартного раствора Б. Хроматограмму развивают в смеси этилацетата с гекоаном (1:1). После развития хроматограммы пластинку высушивают и помещают в камеру с хлорирующей смесью на 2-3 мин, затем пластинку вынимают из камеры, помещают ее под тягу и дают возможность избытку хлора испариться, после чего обрабатывают пластинку из пульверизатора о-толидиновым реагентом. Бензолсульфонамид проявляется

в виде сиреневых пятен на белом фоне с $R_f = 0,45 \pm 0,03$ в системе этилацетата с гексаном и с $R_f = 0,50 \pm 0,03$ в системе бензол: ацетон (7:3). Нижний предел определения 0,1 мкг бензолсульфонамида в хроматографируемой пробе.

2.8. Обработка результатов анализа.

Содержание арилона в анализируемой пробе X в мкг/кг вычисляют по формуле:

$$X = \frac{C \cdot V \cdot K}{\rho \cdot P}, \text{ где:}$$

C — количество бензолсульфонамида, найденное на пластинке методом соотношения со стандартом, мкг;

V — конечный объем раствора, из которого отбирают аликвоту для хроматографирования, мл;

V_a — величина аликвоты, взятой для хроматографирования, мл;

ρ — навеска анализируемой пробы в г;

K — коэффициент пересчета бензолсульфонамида на арилон, равен 1,71.

3. Требования безопасности.

Соблюдать требования безопасности, принятые для работы с легковоспламеняющимися жидкостями.

4. Разработчики

Методические указания разработаны во ВНИИ химических средств защиты растений Л.И.Лещинской и К.Ф.Новиковой.