

**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.

"УТВЕРЖДАЮ"

Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР

А.И.ЗАИЧЕНКО

"27" 04 1984 г.

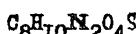
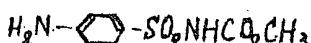
№ 2995-84

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ
АЗУЛОКСА В ПОЧВЕ И СЫРЬЕ НАПЕРСТИКИ ШЕРСТИСТОЙ
МЕТОДОМ ХРОМАТОГРАФИИ В ТОНКОМ СЛОКЕ

I. Краткая характеристика препарата.

Азулокс - системный гербицид послевоходового применения.
Действующее вещество - азулам.

Химическое название: N-(4-аминофенилсульфонил)-O-метилкарбамат.



Мол. масса 230,24

Преп. является собой бесцветные кристаллы с $T_{\text{пл.}}$ 143-144°C. Растворимость в воде составляет 0,5%. Азулам хорошо растворим в ацетоне, метаноле, спирте, этилацетате.

Острая токсичность для теплокровных: LD₅₀ для крыс при оральном введении выше 5 000 мг/кг. Препарат не канцерогенен, в почве не накапливается. Азулам рекомендован для ирополии имбиря, эспарцета, мала масличного и льна.

2. Методика определения азулокса в почве и сырье
наперстянки перистой методом тонкооболочной
хроматографии

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Метод основан на экстракции азулокса из растительной пробы и почвы этилапетатом. Хроматографическое определение проводится в тонком слое адсорбента на пластинках "Silicoll UV -254", в системе этилапетат-хлороформ-уксусная кислота (50:50:I)

2.1.2. Метрологическая характеристика

Аналиты	Предел	Число п-	Размах	Среднее	Стандарт	Доверительный
	:Приема	:обнаружения	:различия	:значение	:мс отн-тальный	
проба	:мкг	:мкг	:мкг	:предела	:изменение	
	:	:	:	:мкг,%	:	
				:делиений :		
Трава наперстянки	0,01	10	19,5	80	0,31	0,69
Почва	0,02	10	7,0	92,5	4,05	2,7

2.2. Реактивы и материалы

Этилапетат, хч ГОСТ 22300-76.

Хлороформ, хч. ГОСТ 20015-74.

Уксусная кислота, хч., ГОСТ 61-75.

Сернокислый натрий чда, ГОСТ 41-66-76.

Метанол, хч., ГОСТ 6995-77.

Этиловый спирт ГОСТ 5963-67.

Реактивы для проявления хроматограмм

Проявляющий реагент ІІ. К смеси из 46 мл воды и 4 мл концентрированной соляной кислоты, хч. ГОСТ 311867 плотностью I,19 г/см³

прибавляют 1 г нитрата натрия хч., ГОСТ 4197-74.

Производящий реагент №2. 1 г λ -нафтиламина растворяют в 50 мл этилового спирта.

Произвляющие реактивы употребляются свежеприготовленными.

Стандартный раствор азулокса /99%/ готовится в этаноле или метаноле /200 мкг/мл/.

2.3. Приборы: аппаратура и посуда

Аппарат для вспривания,

Сите металлическое с диаметром отверстий 1-2 мм.

Вакуумный испаритель, ТУ 25-II-917-76,

Камера для хроматографирования, ГОСТ 10565-74.

Термостат с температурой нагрева 200⁰С, ТУ 64 М1-14III-72.

Мельница для размола образцов ЭВ-3А., ГОСТ 692-70.

Колбы конические емкостью на 250 мл, ГОСТ 9737-70.

Колбы круглодонные на шлифах (для отгонки), ГОСТ 9737-70.

Пульверизаторы отеклянные, ГОСТ 10391-74.

Воронки фильтрующие, ГОСТ 9775-71.

Микропипетки для нанесения стандартов и опытных образцов на 0,1 или 0,2 мл, ГОСТ 1770-74

Фильтры бумажные

Колбы мерные на 10 мл, ГОСТ 1770-74

Цилиндры мерные на 100 мл, ГОСТ 1770-74

Хроматографические пластинки "Silufol UV-254"

2.4. Подготовка к определению

2.4.1. Отбор проб

Отбор проб производится в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции", про-

дуктов питания и объектов окружающей среды для определения микротоксичность пестицидов", утвержденными Минздравом СССР 21 августа 1979 г. №2051-79.

2.4.2. Подготовка образцов к анализу

Сухую почву растирают в ступке и просеивают через сито размером отверстий на 1 мм.

Сухую массу наперстянки шерстистой измельчают на мельнице. Свежую массу наперстянки шерстистой гомогенизируют в ступке с кварцевым песком и безводным сульфатом натрия.

2.5. Проведение определения

2.5.1. Экстракция азулокса

Почва. (сухая) 30-50 г сухой почвы помещают в коническую колбу на 250 мл, увлажняют, заливают 100-150 мл этилацетата и оставляют на ночь. Затем осторожно сливают через бумажный фильтр. К остатку приливают 100 мл этилацетата и встряхивают 1 час. Процесс отфильтровывают, остаток промывают 50 мл этилацетата. Объединенные этилацетатные экстракты упаривают на ротационном испарителе, последующие порции растворителя удаляют с помощью тока сухого воздуха.

Влажная почва. 100 г почвы помещают в коническую колбу на 250 мл, прибавляют 150 мл этилацетата, оставляют на ночь и далее поступают, как описано выше. Единственное дополнение, в том и другом случае, фильтрация идет через безводный сульфат натрия.

Наперстянка шерстистая (зеленая масса). Навеску 40-50 г сырой массы или 10 г сухой помещают в колбу на 250 мл и добавляют 150 мл этилацетата, оставляют на ночь. Затем растворитель сливают через бумажный фильтр, остаток заливают 100 мл этилацетата и встряхивают в течение 1 часа. Процесс отфильтровывают, остаток за-

ливают 50 мл этилацетата. Объединенные экстракты упаривают на роторном испарителе. Последние порции растворителя удаляют тоже сухого воздуха.

2.5.2. Условия хроматографирования

Сухой остаток растворяют в 1-2 мл метанола или этанола и наносят на хроматографическую пластинку "Silufol". Предварительно хроматографическую пластинку делят на 5 частей. Наносят 0,1-0,2 мл пробы на 2-х полосах, рядом наносят стандарт 0,1 мкг, 0,2 мкг и 0,5 мкг в случае почвы, а в случае зеленой массы - 0,2 мкг. Хроматографирование проводят в системе растворителей: этилацетат-хлороформ-уксусная кислота (50:50:1). Когда фронт растворителя поднимется на 10-12 см пластинку извлекают из хроматографической камеры и сушат на воздухе. Вынутую пластинку опрыскивают реагентом №1 и через 10 минут реагентом №2. При наличии препарата в пробе на хроматограммах проявляются красные пятна. R_f азулокса $0,53 \pm 0,05$.

2.5.3. Обработка результатов.

Количественное определение проводят путем сравнения размера и интенсивности окраски пятен азулокса в рабочей пробе с пятью стандартами.

Расчет анализа проводят по формуле.

$$X = \frac{A \cdot B}{C \cdot P} \text{ мг/кг, где:}$$

X - содержание препарата в мг/кг;

A - количество азулокса, найденное в рабочей пробе на хромато-

графике в мкг;

B - конечный объем экстракта, мл;

C - объем нанесенной на пластинку аликвоты в мл (0,1-0,2 мл);

P - взятая навеска в г.

4. Разработчики

Пушкина Г.П., Букина Н.В. (ВИЛАР, Москва).