

**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.

2. Методика определения азулокса в почве и сырье наперстянки шерстистой методом тонкослойной хроматографии

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Метод основан на экстракции азулокса из растительной пробы и почвы этилацетатом. Хроматографическое определение проводится в тонком слое адсорбента на пластинках "Silugol UV -254", в системе этилацетат-хлороформ-уксусная кислота (50:50:1)

2.1.2. Метрологическая характеристика

Анализ	Предел обнаружения, мг/кг	Число параллельных определений	Размах, %	Среднее значение, %	Стандартное отклонение	Доверительный интервал
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

Этилацетат, хч ГОСТ 22300-76.

Хлороформ, хч. ГОСТ 20015-74.

Уксусная кислота, хч, ГОСТ 61-75.

Сернистый натрий чда, ГОСТ 41-66-76.

Метанол, хч, ГОСТ 6995-77.

Этиловый спирт, ГОСТ 5963-67.

Реактивы для проявления хроматограмм

Проявляющий реагент М1. К смеси на 46 мл воды в 4 мл концентрированной соляной кислоты, хч. ГОСТ 311867 плотностью 1,19 г/см³

прибавляют 1 г нитрита натрия NaNO_2 , ГОСТ 4197-74.

Проявляющий реагент В2. 1 г α -нафтамина растворяют в 50 мл этилового спирта.

Проявляющие реактивы употребляются свежеприготовленными.

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

2.3. Приборы: аппаратура и посуда

Аппарат для встряхивания,

Сито металлическое с диаметром отверстий 1-2 мм.

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

Камера для хроматографирования, ГОСТ 10565-74.

Термостат с температурой нагрева 200°C, ТУ 64 И-1411-72.

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

Колбы и конические емкости на 250 мл, ГОСТ 9737-70.

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

Пulверизаторы стеклянные, 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 и определение

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 микроколичеств пестицидов, утвержденными Минагропром СССР 21 августа 1979 г. М2051-79.

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. Сырую 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. Пробу отфильтровывают, остаток промывают 50 мл этилацетата. Объединенные этилацетатные экстракты упаривают на ротационном испарителе, последние 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 сухой 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. Пробу отфильтровывают, остаток за-

ливают 50 мл этилацетата. Объединенные экстракты упаривают на ротаторном испарителе. Последние порции растворителя удаляют током 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 реактивом №1 и через 10 минут реактивом №2. При наличии препарата в пробе на хроматограммах проявляются красные пятна. R_f азуксакса $0,53 \pm 0,05$.

2.5.3. Обработка результатов.

Количественное определение проводят путем сравнения размера и интенсивности окраски пятен азуксакса в рабочей пробе с пятнами стандарта.

Расчет анализа проводят по формуле.

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

X - содержание препарата в мг/кг;

A - количество азуксакса, найденное в рабочей пробе на хроматограмме 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. (ВНИИР, Москва).