

**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- 1967 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 с момента 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

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

УТВЕРЖДАЮ:

Зам. Главного Государственного
врача санитарного врача СХР

А.И. ЗАМЧЕНКО

№ 27 " апреля 1984 г.
№ 3010-84

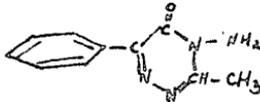
Временные методические указания по
определению голтикса в воде, почве
и растениях методом тонкослойной
хроматографии.

1. Характеристика анализируемого пестицида.

Голтикс (метамитрон) - гербицид, рекомендуемый фирмой
Балер (ФРТ) для прополки посевов сахарной, кормовой и ото-
ловой 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; метилхлорид, циклогексан -
I - 5; изопропанол, толуол - до I. Давление паров I и 10⁻¹
мм рт.ст. (при 20 - 70°C).

Малотоксичен для теплокровных (ДД₅₀ для крыс 333 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 галтикса 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).

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

Кислота серная (H_2SO_4), ГОСТ 4204-77, чда.

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

Стандартные растворы галтикса 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 УФ-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 рекотрагируют 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 в 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:

$$X = \frac{A}{P} \cdot 100$$

- 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).