

**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. Д. Кароткова, В. Б. Кривачук,  
Г. А. Хохолькова, А. М. Шмидтина.

## УТВЕРЖДАЮ

Земеститель Главного Государствен-  
ного санитарного врача СССР

А. И. Заиченко

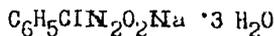
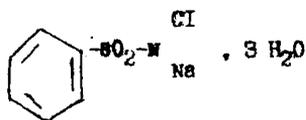
" 27 " \_ \_ апреля \_ 1984 г.

№ 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) – кристаллогидрат натриевой соли бензолсульфонамида. Арилон показал хорошие результаты в качестве антисептика на хлопке.



Мол. масса 267,66

Арилон хорошо растворим в воде и водных растворах щелочей. При нагревании выше 150°C разлагается с выделением газообразных продуктов разложения (HCl, Cl<sub>2</sub>). В водных и кислых растворах неустойчив, в течение нескольких минут разлагается до бензолсульфонамида.

МДУ арилона в хлопке не установлена.

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, после подщелачивания – в этилацетат и определении тонкослойной хроматографией.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода  
 Диапазон измеряемых концентраций 0,35–1,00 мг/кг по ари-  
 лону.

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

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

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  $n = 15$  79,0 $\pm$ 8,2%.

Размах варьирования  $R$  75,0–83,0%.

### 2.1.3. Избирательность метода

Метод селективен. Пестициды применяемые на хлопчат-  
 нике, в том числе Хлор- и фосфорорганические опреде-  
 лению не мешают.

### 2.2. Реактивы и растворы.

Ацетон, осч, 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.

$N_2O_4$ , хч, ГОСТ 4166–76, безводный.

$KMnO_4$ , хч, ГОСТ 4220–75.

о-толидин, ч, ТУ 6–09–2992–73.

$K_2CO_3$ , иодистый кали, хч, ГОСТ 4232–74.

Соляная кислота, фиксвал, осч, ГОСТ 14261–77.

$KOH$ , едкое кали, тех, ГОСТ 9285–78.

Уксусная кислота, осч, ГОСТ 18270–72, ледяная.

Проявляющий — реagent. Растворяют 0,16 г о-толидина в  
 30 мл уксусной кислоты, доводят до 500 мл водой и прибавляют  
 1 г  $K_2CO_3$ . Раствор хранить в темном месте.

Хлорирующая смесь. Смешивают равные объемы 1,5%-ного раст-  
 вора  $KMnO_4$  и 10%-ного раствора  $HCl$ . Смесь в чашечке Петри поме-  
 щают на дно хлорирующей камеры с притертой крышечкой. Для этой пе-  
 лли 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. Приборы, аппаратура и посуда.

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

Ротационный вакуумный испаритель ИР-1 или аналогичный с набором колб, ТУ 25-11-917-76

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 шлифах, 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.

Микрошприц на 100 мкл, ТУ 5Б2.833.024

Пластинки Силуфол, 150x150 мм, СССР.

### 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 с помощью ротационного вакуумного испарителя до объема 2 мл. К остатку в колбе приливают 15 мл 0,1н HCl и фильтруют полученный раствор через бумажный фильтр в делительную воронку на 250 мл. Колбу тщательно промывают 0,1н HCl 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 стенках первой воронки. Далее к экстракту добавляют 1,25 мл и КОН до pH=7, Бензолсульфонамид извлекают экстракцией этилацетатом, порциями по 30 мл три раза. Экстракт сушат над безводным сульфатом натрия (15-20г), фильтруют и концентрируют с помощью ротационного вакуумного испарителя до объема 1 мл. Остаток количественно переносят эфиром в градуированную пробирку на 10 мл. В пробирку помещают заплавленный в верхней части стеклянный 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 гексаном (1:1). После развития хроматограммы пластинку высушивают и помещают в камеру с хлорлужущей 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 с-голлидиновым 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 хроматографической пробе.

### 2.8. Обработка результатов анализа.

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

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

- $C$  – 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;
- $P$  – 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.