

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
по определению микроколичеств
пестицидов в продуктах питания,
кормах и внешней среде

Сборник № 25

Москва
1997 г.

Министерство сельского хозяйства
и продовольствия
Российской Федерации

Государственная комиссия
по химическим средствам борьбы
с вредителями, болезнями растений и сорняками

Т О Д И Ч Е С К И Е У К А З А Н И Я

ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ
ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ,
КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

Сборник № 25

Москва
Центр научно-технической информации,
пропаганды и рекламы
1997г.

**Государственная комиссия по химическим средствам борьбы с
вредителями, болезнями растений и сорняками**

Редакционная коллегия:

**Калинин В.А. -к.с.н., профессор, зав.кафедры ТСХА; Пушкина Г.П. - к.б.н.,
Российский институт лекарственных культур; Борисов Г.С.- зав. КТЛ РРСТАЗР;
Федорова Н.Е.- к.х.н., МНИИГ им.Эрисмана.**

**Настоящие методические указания предназначены для санитарно-эпидемиологи-
ческих станций и научно-исследовательских учреждений Минздрава РФ, а также
ветеринарных, агрохимических, контрольно-токсикологических лабораторий
Минсельхозпрода РФ и лабораторий других ведомств, занимающихся определением
остаточных количеств пестицидов в продуктах питания, кормах и объектах окружа-
ющей среды.**

**Методические указания апробированы и рекомендованы в качестве официальных
Группой экспертов при Госхимкомиссии по химическим средствам борьбы с вреди-
телями, болезнями растений и сорняками.**

**Ответственный за выпуск - Орехов Д.А., председатель Госхимкомиссии
тел. 207-63-90**

**Сборник подготовлен к изданию Российской республиканской станцией защиты
растений Департамента химизации и защиты растений Минсельхозпрода РФ.**

г.Раменское Московской обл., ул.Нефтегазосъемки 11/41 тел.(246) 3-09-52

Утверждено
Министерством здравоохранения СССР
"29" июля 1991 г.
№ 6179-91.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ N-ОКСИДА-2,6-ЛУТИДИНА В ВОДЕ, ПОЧВЕ, ЗЕЛЕННОЙ МАССЕ ЛЮЦЕРНЫ МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ.

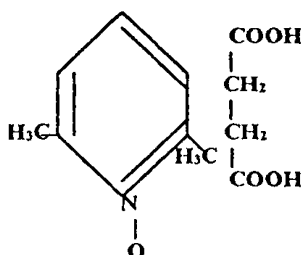
1. Краткая характеристика препарата.

Торговое название: Люцис.

Люцис - комплекс N-оксида-2,6-лутидина и янтарной кислоты с молибденовокислым аммонием-композиционная смесь в соотношении 99: 1 соответственно.

Производитель препарата: Молдова.

Структурная формула комплекса N -оксида-2,6-лутидина с янтарной кислотой:



М.м. 241,24.

Эмпирическая формула C₁₁H₁₅NO₅.

Содержание основного вещества - 99,8%.

Растворимость - легко растворим в воде, спирте.

Молибденовокислый аммоний по структурной формуле:

(N H₄)₆Mo₇ O₂₄ · 4H₂ O М.м. 1236,0

Содержание основного вещества - 99,9%.

Растворимость - вода.

ОДК в почве 0,01 мг/кг, ПДК в воде водоемов - 0,05 мг/кг, МДУ в продуктах - не допускается.

Люцис рекомендован для применения в качестве регулятора роста растений путем опрыскивания.

Расход рабочего раствора 300 л/га, концентрация 0,001%.

Препарат устойчив в течение года при соблюдении условий хранения.

2. Методика определения остаточных количеств люциса в воде, почве, зеленой массе люцерны методом тонкослойной хроматографии.

Разработчики: Николаенко Т.К., Гиренко Д.Б., Шмигдина А.М., Рева Н.И.,
УкрНИИГИНТОКС, г. Киев.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Метод основан на получении N-окси-2,6-диметилпиридина, экстрагировании последнего бензолом и последующем определении методом тонкослойной хроматографии.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода.

Минимально детектируемое количество - 0,07 мкг.

Диапазон определяемых концентраций:

вода - 0,0006 - 0,05 мг/л

почва - 0,01 - 0,3 мг/кг

люцерна - 0,005 - 0,3 мг/кг.

Среднее значение определения:

вода - 83 - 98%

почва - 78 - 89%

люцерна - 90 - 95%.

Граница суммарной погрешности, %:

вода - $\pm 11,0$

почва - $\pm 14,0$

люцерна - $\pm 12,0$.

2.2. Реактивы, растворы и материалы.

Бензол, ГОСТ 5955-75.

Бутанол-1, ГОСТ 6006-78.

Гидроксид калия СТЕВ 1439-78 (УССР).

Дистиллированная вода, ГОСТ 6709-72.

Соляная кислота, ГОСТ 3118-78.

Уксусная кислота, ГОСТ 61-75.

Этиловый спирт, ГОСТ 5962-67.

Алюминия окись.

Хроматографические пластинки "Силуфол" UV 254 ЧССР, размер 150x 150 и 200 x 200 мм.

2.3. Приборы, посуда и аппаратура.

Весы технические.

Весы аналитические 2 кл, ГОСТ 19401-74.

Колбы плоскодонные на 250 и 100 мл, ГОСТ 10054-75.

Колбы круглодонные на 250 и 100 мл, ГОСТ 9737-70.

Колбы остродонные на 50 мл, ГОСТ 23932-79.

Колбы мерные на 100 мл, ГОСТ 1770-74.

Колбы конические на 50 и 100-мл, ГОСТ 1770-74.

Пипетки мерные 8-2-1; 8-2-2; 8-2-5; 8-2-10, ГОСТ 20292-74.

Микропипетки на 0,1 мл, ГОСТ 20-292-74.

Микрошприц на 10 мкг и 1 мкг МШ-20.

Пробирки конические, градуированные на 5 мл, ГОСТ 1770-74.

Стеклянный фильтр ХУ-1 пор.41, ГОСТ 20292-74.

Вакуумный насос, ГОСТ 10696-75.

Колонка стеклянная, ГОСТ 23932-79.

Электроплитка, ТУ 92-275-76.

Аппарат для встряхивания АБУ-1, ТУ 64-1-1081-33, или аналогичный.

Хроматоскоп.
Камера для хроматографирования, ГОСТ 10565-75.
Воронки химические, ГОСТ 10396-65.
Ротационный испаритель ИР-1М, ТУ 23-11-317-33.
Чашки фарфоровые.
Водоструйный насос, ГОСТ 23932-79.

2.4. Отбор проб.

Пробы для анализа отбираются в соответствии с “Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов”, утвержденными Зам. Главного Государственного санитарного врача СССР от 21.08.79 за № 2051-79.

2.5. Подготовка к определению.

2.5.1. Подготовка пластинок и хроматографической камеры.

Подготовить пластинки “Силуфол” UV 254 размером 5 x 10.
Хроматографическую камеру за 1 час до начала хроматографирования заполнить подвижной фазой до уровня 0,5-0,7 см.

2.5.2. Приготовление стандартных растворов.

Стандартные растворы люциса в этиловом спирте. 0,1 г люциса переносят и растворяют этиловым спиртом в мерной колбе вместимостью 100 см³. Рабочие растворы готовят разбавлением полученного 0,1% раствора. На хроматограмму наносят: 0,001% (0,01 мг/мл) раствор - 0,1 мл (1 мкг); 0,01 мл (0,1 мкг), 0,0001% (0,001 мкг/л) раствор - 0,5 мл (0,5 мкг); 0,1 (0,1 мкг); 0,05 мл (0,05 мкг).

Растворы хранятся в холодильнике 5-7 дней.

2.6. Проведение определения.

2.6.1. Экстракция и очистка экстрактов.

2.6.1.1. Вода.

150-200 мл воды подщелачивают гидроксидом калия (натрия) до pH 7,5-8. Переносят в делительную воронку через бумажный фильтр. Смывают колбу и одновременно фильтр водой (2 раза по 2 мл). Экстрагируют бензолом (3 раза по 10 мл). Фильтруют бензольный раствор через окись алюминия (колонка 50 x 15 мм), промывают колонку 2 мл бензола. Объединяют с фильтратом и упаривают в остродонной колбе до объема 0,2-0,3 мл. Остаток количественно наносят на хроматографическую пластинку. Рядом наносят такие же объемы стандартных растворов, содержащие 0,05-0,2 мкг люциса.

2.6.1.2. Почва.

20-25 г почвы помещают в коническую колбу, заливают 50-60 мл подщелоченной дистиллированной водой (pH 7,5-8,0), встряхивают несколько минут и оставляют на 16-18 часов (на ночь). Экстракт отфильтровывают через бумажный фильтр, промывают почву водой по 10 мл 2 раза, объединяют с экстрактом, переносят в делительную воронку через воронку с бумажным фильтром, смывая колбу и воронку 2 мл воды, и экстрагируют люцис бензолом (3 раза по 5 мл). Экстракт фильтруют через окись алюминия и переносят в остродонную колбу. Упаривают до объема 0,2-0,3 мл. Остаток количественно наносят на хроматографическую пластинку. Рядом наносят стандартные растворы.

2.6.1.3. Растения люцерны.

20 г образца измельчают, переносят в коническую колбу и заливают 100 мл подщелоченной воды. Встряхивают в течение 1 часа, фильтруют и проводят определение как в почве.

2.6.2. Условия хроматографирования.

Пластинку с нанесенными анализируемыми пробами и стандартными растворами помещают в хроматографическую камеру с подвижной фазой, в качестве которой служит смесь бутанол-1: уксусная кислота и вода (7:3:1). Когда растворитель поднимется на 5 см, пластинку вынимают и помещают на водяную баню на 1 час до удаления запаха кислоты, сушат на воздухе. После удаления растворителя просматривают пластинку под хроматоскопом. Люцис обнаруживается в виде фиолетового пятна на светлом фоне $R_f=0,48$.

2.7. Обработка результатов анализа.

Количественное определение люциса проводят сравнением размеров пятен хроматографируемой пробы и стандартных растворов. Для расчета содержания люциса в анализируемой пробе выбирают пятно стандарта, наиболее близкое по размерам к пятну пробы.

Содержание препарата в пробе, мг/кг рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{A \cdot S_2 \cdot 1000}{S_1 \cdot P}$$

где:

A - содержание препарата в стандарте, мкг;

S₁ - площадь пятна стандарта, мм²;

S₂ - площадь пятна пробы, мм²;

P - масса пробы, взятой на анализ, г.

3. Требования безопасности.

Соблюдаются требования безопасности, рекомендуемые для работы с химическими реактивами и пестицидами.

Алфавитный указатель

	стр.
1. 2-Амино-4,6-диметил-1,3-пиримидин	- 9
2. 2-Амино-4-диметиламино-6-хлор-1,3,5-триазин	- 16,21
3. 2-Метил-4-диметиламинометил-бензимидазол-5-ол-дигидрохлорид	- 5
4. 2-Метоксикарбонил-N-(4,6-диметил-1,3-пиримидин-2ил)-аминокарбонил-бензолсульфамид	- 45
5. 2-Метоксикарбонил-N-(4,6-диметил-1,3-пиримидин-2ил)-аминокарбонил-бензолсульфамид калиевая соль	- 45
6. 5-окси-1,3-бензоксатиолон -2	- 65
7. N - (4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2ил)-N' -(2,5-диметилфенил)сульфонилмочевина	- 70
8. N-оксид-2,6-лугидина и янтарной кислоты комплекс	- 36,40
9. Амбиол	- 5
10. Аминопиримидин	- 9
11. Аминофумаровой кислоты диметиловый эфир	- 27
12. Анкор-5	- 45
13. Анкор-85	- 45
14. Грамекс, метаболит и полупродукт синтеза	- 16,21
15. Дигидроаспарагиновой кислоты диметиловый эфир	- 27
16. Диниконазол	- 33
17. 1-Карбамоил-3(5)-метилпиразол	- 51
18. Каскад	- 73
19. Ленок	- 80,87
20. Люцис	- 36,40
21. ММП	- 51
22. Номолт	- 61
23. Павстим	- 54
24. Препарат-1	- 80,87
25. Соналан	- 97
26. Спайк	- 57
27. Суми-8	- 33
28. Тебутиурон	- 57
29. Тетфлубензурон	- 61
30. Тиолон	- 65
31. Утнур	- 70
32. Флуфеноксурон	- 73
33. Фосфитов смесь	- 77
34. Фумар	- 27
35. Хардин	- 80,87
36. Хлорсульфурина калиевая соль	- 80,87
37. Экостим	- 94
38. Эталфлуралин	- 97
39. Эфаль-М, промежуточные продукты синтеза	- 77