

**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. Калыгина (зам. председателя),
М. А. Кулисанко (председатель), Г. Д. Кароткова, В. Б. Кривачук,
Г. А. Хохолькова, А. М. Шмидтина.

УТВЕРЖДАЮ

Земеститель Главного Государствен-
ного санитарного врача СССР

А. И. Заиченко

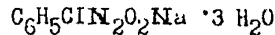
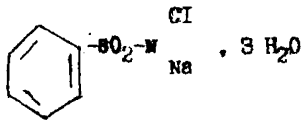
" 27 " _ _ апреля _ 1984 г.

№ 3009-84

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ
ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ АРИЛОНА ПО БЕНЗОЛСУЛЬФОАМИДУ
В ЗЕРНАХ ХЛОПКА И МАСЛЕ, ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИЕЙ

I. Краткая характеристика препарата

Арилон (хлорамин Б) – кристаллогидрат натриевой соли бензол-сульфоамида. Арилон показал хорошие результаты в качестве анти-септика 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, Cl₂). В водных и кислых растворах неустойчив, в течение нескольких минут разлагается до бензолсульфон-амида.

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 бензолсульфон-амида 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-
 лати 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 хроматографируемой 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.