

ГОСКОМИССИЯ ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ,
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ ПРИ МИНСЕЛЬХОЗЕ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИ-
ЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШ-
НЕЙ СРЕДЕ

ЧАСТЬ XII-я

Москва - 1983

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ
ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ,
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ ПРИ МСХ СССР

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

ЧАСТЬ XIII

Данные методики апробированы и рекомендованы
в качестве официальных группой экспертов при
Госкомиссии по химическим средствам борьбы с
вредителями, болезнями растений и сорняками
при МСХ СССР

Настоящие методические указания предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и научно-исследовательских учреждений Минздрава СССР, а также ветеринарных, агрохимических, контрольно-токсикологических лабораторий Минсельхоза СССР и лабораторий других Министерств и ведомств, занимающихся анализом остаточных количеств пестицидов и био-препаратов в продуктах питания, кормах и внешней среде.

Срок действия временных методических указаний устанавливается до утверждения гигиенических регламентов.

Методические указания апробированы и рекомендованы в качестве официальных группой экспертов при Госкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками при МСХ СССР. (Председатель группы экспертов - М. А. Клисенко).

Методические указания согласованы и одобрены отделом перспективного планирования санэпидслужбы ИМПТИ им. Маршановского Е.И. и лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР

_____ А.А.Замченко
" 22 " октября 1981 г
№ 2463-91

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

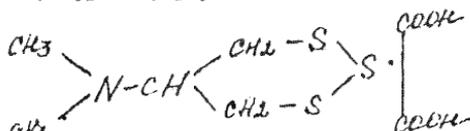
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ЭВИСЕКТА В РАСТИТЕЛЬНОЙ ПРОДУКЦИИ,
ПОЧВЕ И В ВОДЕ ХРОМАТОГРАФИЕЙ В ТОНКОМ СЛОЕ

1. КРАТКАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА ПРЕПАРАТА

1.1. Эвисект.

1.2. *N,N* -диметиламино-1,2,3-третиана оксидат

1.3. Структурная формула



Молекулярная масса 271,35

1.4. САН-155.

1.5. Химически чистое соединение - трициклам-белое кристаллическое вещество без запаха с температурой плавления 125-126°C.

Растворимость при 25°C; в воде 8,4%, в метаноле 1,7%, в этаноле 0,19%. Практически нерастворим в других органических растворителях.

Препарат среднетоксичен для теплокровных животных. LD₅₀ для крыс при оральном введении равно 300 мг/кг.

Выпускается в форме 90%-ного препарата и 5%-ных гранул.

2. МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЭВИСЕКТА

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Метод основан на определении эвисекта хроматографией в тонком слое силикагеля после экстракции соаданения и очистки экстракта путем перераспределения между двумя несмешивающимися жидкостями.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода

Минимально детектируемое количество 2-3 мкг.

Нижний предел определения 0,02-0,05 мг/кг

R - размах варьирования, % в растениях 70-95% = 25%

в почве 90 + 70 = 20%

в воде 70 + 100 = 30%

Среднее значение определения, %

в растениях 80,0

в почве 78,0

в воде 85,0

S - стандартное отклонение, %

в растениях 8,0

в почве 7,4

в воде 10,0

Доверительный интервал определения при P = 0,95 и n = 5%

для растений 80,0 ± 10,3

для почвы 78,0 ± 9,0

для воды 85,0 ± 12,9

2.1.3. Обратимость метода

Метод специфичен, другие препараты в данных условиях хроматографирования определены не могут.

2.2. Реактивы

Хлороформ, х. ч. ТУ 6-09-4263-76
Этиладетат, х.ч. МРТУ 6-09-6515-70
Эфир диэтиловый хч ГОСТ 5262-79
Едкий натр, х.ч. ГОСТ 4328-77
Висмут азотнокислый, чда ГОСТ 4110-75
Ацетон х.ч. ГОСТ 2603-79
Н-Гексан х.ч. МРТУ 6-09-2937-66
Калий иодистый х.ч. ГОСТ 4232-74
Натрий серноокислый безводный, чда ГОСТ 4166-76
Силикагель д/м 5/40 (ЧССР)
Кислота соляная, х.ч. ГОСТ 3118-77
Палладий двухлористый, ч. МРТУ 6-09-1964-64
Гипс чда, ГОСТ 3210
Кислота серная, х.ч. ГОСТ 4204-77
Эвисект

2.2.1. Приготовление стандартного раствора. 10 мг химически чистого эвисекта растворяют в 100 мл этанола.

2.2.2. Проявляющие реагенты

1. 0,85 г азотнокислого висмута растворяют в смеси 40 мл дистиллированной воды и 100 мл 40%-ной серной кислоты. Затем прибавляют раствор, состоящий из 8 г иодистого калия в 20 мл воды. К 6 мл полученного раствора приливают 6 мл 40%-ной серной кислоты и объем доводят водой до 25 мл.

2. Раствор хлористого палладия. 0,2г реактива помещают в колбу на 100 мл, прибавляют 40-50 мл 0,01 н соляной кислоты, колбу опускают на 10-15 минут в водяную баню при 60-70°C. После полного растворения реактива, объем доводят 0,01 н HCl до 100 мл. После опрыскивания хроматограму помещают под источник УФ-света.

2.3. Приборы, аппаратура и посуда

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

Испаритель ротационный ИР-1М, ТУ 25-11-917-74

Воронки делительные ВД-3-250 ГОСТ 8613-75

Колбы конические нормального шлифа ГОСТ 10394-72

Колбы остродонные ОНТ-50-14/23 ТС ГОСТ 10394-72

Колбы мерные, 100 мл ГОСТ 1770-74

Камера для хроматографирования ГОСТ 10565-73

Камера для опрыскивания ТУ-11-430-70

Пulьверизатор стеклянный ГОСТ 1770-74

Микропипетка на 0,1; 0,2 мл ГОСТ 1770-74

Баня водяная ТУ-46-22-608-72

Сушальный шкаф

Источник УФ-света типа ПРК-4

2.4. Подготовка к определению

2.4.1. Приготовление пластинок

Для приготовления сорбционной массы из силикагеля на 10 пластинок 9 x 12 см берут 35 г силикагеля, 2 г гипса и 90 мл дистиллированной воды. Силикагель с гипсом растворяют в фарфоровой ступке, прибавляют воду и размешивают до образования однородной массы. 10 г суспензии наносят на пластинку и равномерно распределяют по поверхности. Сушат пластинки в горизонтальном положении в течение 18-20 часов при комнатной температуре.

2.5. Отбор проб

Отбор проб производится в соответствии с унифицированными правилами отбора проб для определения макроколичеств пестицидов в сельскохозяйственной продукции, продуктах питания и объектах окружающей среды, утвержденные заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР №3051-79.

2.6. Проведение определения

2.6.1. Экстракция

Вода. Пробу воды 200 мл помещают в делительную воронку водным раствором аммиака или 1 в раствором сухого натра доводят pH до 10. Звисект экстрагируют тремя порциями этилацетата по 40 мл в течение 5 минут. Объединенный экстракт сушат безводным сернокислым натрием. Концентрируют на ротационном испарителе до небольшого объема (0,2-0,3 мл) при температуре воды около 50°C. Остаток удаляют в токе воздуха.

Почва. 100 г измельченной почвы помещают в коническую колбу, приливают 80 мл смеси ацетона с 10%-ным раствором бикарбоната натрия, в соотношении 1 : 1 по объему. Экстракцию проводят путем встряхивания в течение 30 минут. Водноацетоновый слой осторожно отфильтровывают в делительную воронку через складчатый бумажный фильтр. Экстракцию повторяют еще раз. Экстракт объединяют.

Растительный материал. 25-40 г растительного материала (травы, ботва и клубни картофеля, корни сахарной свеклы) помещают в коническую колбу емкостью 250 мл. Экстрагирование проводят путем встряхивания в течение 20 минут. Экстракт отфильтровывают через бумажный фильтр. Экстракцию повторяют еще два раза.

2.6.2. Очистка экстракта. Объединенный экстракт помещают в делительную воронку. pH раствора доводят концентрированной соляной кислотой до 2-3.

В воронку приливают 25-30 мл хлороформа и встряхивают в течение 3-х минут. После разделения слоев хлороформ отбрасывают. Очистку хлороформом повторяют еще два раза.

pH очищенного раствора водным раствором аммиака доводят до 10.

Экстракцию звисекта проводят тремя порциями этилацетата по 40-50 мл в течение 5 минут. Экстракт объединяют, сушат безводным

сернистым натрием и концентрируют на ротационном испарителе до объема 0,2-0,3 мл. Остаток удаляют в токе воздуха.

2.6.3. Условия хроматографирования.

Сухой остаток растворяют в небольшом объеме этанола (0,2-0,3 мл) и наносят на хроматографическую пластинку на расстоянии 2-х см. от нижнего края. Стенки колбы тщательно смывают несколькими каплями того же растворителя, который наносят в центр пятна. Справа наносят стандартные растворы препарата. Пластинку сначала хроматографируют в диэтиловом эфире, а затем в системе подвижных растворителей гексан: ацетон-2:1 по объему или ацетон: хлороформ - 1:2.

После подъема фронта подвижного растворителя на высоту 10 см пластинку вынимают из камеры, подсушивают на воздухе и проявляют одним из проявляющих растворов. Величина R_f эвасекта в данных условиях хроматографирования составляет 0,50 - 0,55 или 0,80 (ацетон-хлороформ 1:2).

2.7. Обработка результатов анализа.

Количественное определение проводят путем сравнения площади пятен пробы с наиболее близкой к ней площадью стандартного раствора. Содержание препарата в анализируемой пробе, мг/кг; мг/л рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{A \cdot S_x}{S_s \cdot \rho}$$

где: x - содержание эвасекта в пробе, мг/кг; мг/л;

A - количество стандартного раствора препарата, мкг;

S_x - площадь пятна стандартного раствора, мм²;

S_s - площадь пятна пробы, мм²;

ρ - вес или объем пробы, взятой для анализа, г, мл.

3. Требования безопасности

Соблюдать требования безопасности, обычно рекомендуемые для работы в химических лабораториях с органическими растворителями.

4. Настоящие методические указания разработаны кандидатом с/х наук Красных А.А., Павловой Л.Г. (Всероссийский НИИ защиты растений, пос. Рымовь, Воронежской области, ВНИИЗР).

С О Д Е Р Ж А Н И Е

ХЛОРООРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

| | Стр. |
|--|------|
| 1. Временные методические указания по определению ХОП (ДДТ, ДДЭ, ДДД, -ГХЦГ) в рыбе и рыбной продукции методом газожидкостной хроматографии. | 1 |
| 2. Методические указания по определению ХОП и симтриазиновых пестицидов при их совместном присутствии в почве с помощью ГЛХ. | 12 |
| 3. Временные методические указания по определению остаточных количеств митрана в воде, сливах и яблочках методом ТСХ. | 23 |

ФОСФОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

| | |
|--|----|
| 1. Методические указания по определению азота в воздухе рабочей зоны методами ГЛХ и ТСХ. | 29 |
| 2. Временные методические указания по определению ботвы в ботве и клубнях картофеля, листьях и стеблях хлопчатника, капусте, почве и воде ТСХ и ГЛХ. | 36 |
| 3. Методические указания по определению глифосата и его метаболита - аминокетилфосфоновой кислоты методом хроматографии в воде, почве, растительном материале. | 46 |
| 4. Методические указания по определению остаточных количеств дурсбана в воде, почве, лесной растительности и биосредах методом ТСХ. | 54 |
| 5. Временные методические указания по определению каунтора в растениях сахарной свеклы и почве методом ТСХ. | 61 |

6. Методические указания по определению метилмеркапто-
фоса в воде, почве, винограде и зеленой массе хме-
ля ГЖХ и ТСХ. 67
7. Временные методические указания по определению офу-
нака методами ГЖХ и ТСХ в почве, растениях, воде водое-
мов. 76
8. Временные методические указания по определению протио-
фоса в растительном материале, почве и воде методами
ГЖХ и ТСХ. 82
9. Временные методические указания по определению се-
лекрона в растительной продукции, почве и воде ТСХ
и ГЖХ. 91
10. Временные методические указания по определению хлоро-
фоса энзимно-хроматографическим методом в листьях
белладонны и траве мяты перечной. 98
11. Методические указания по определению в зерне и про-
дуктах его переработки ФОП, применяемых для обеззаражи-
вания зерна и зернохранилищ, хроматографическими мето-
дами. 105

АЗОТСОДЕРЖАЩИЕ ПЕСТИЦИДЫ

1. Методические указания по определению остаточных коли-
чества акрекса, диносеба, каратана, ДНОКа в воде, почве,
и растительном материале хроматографическими методами. 119
2. Временные методические указания по определению байгона
методом ГЖХ в молоке. 138
3. Временные методические указания по определению барнона
в воде, почве, растениях методом ГЖХ. 148

4. Методические указания по определению кронетона в воде, почве, корнеклубнеплодах и растительном материале ТСХ. 154
5. Временные методические указания по определению ридомила методом хроматографии в воде, почве, растительном материале. 160
6. Временные методические указания по определению рон-раля методом ТСХ в воде, почве, томатах, картофеле, винограде, виноградном соке и вине. 168
7. Временные методические указания ронилана в растительной продукции, почве и воде ТСХ и ГЭХ. 175
8. Временные методические указания по определению эвисекта в растительной продукции, почве и в воде ТСХ. 182
9. Временные методические указания по определению этиримола в растительной продукции, почве и воде ТСХ. 188

ПРОЧИЕ ПЕСТИЦИДЫ

1. Временные методические указания по определению геранилбутирата методом ГЭХ и ТСХ в почве, воде, корнеплодах и листьях сахарной свеклы. 195
2. Временные методические указания по определению бромпропилата(неорона) в яблоках и citrusовых методом газовой хроматографии. 206
3. Временные методические указания по определению иллоксана в воде и почве методом ГЭХ. 211
4. Временные методические указания по хроматографическому определению изатрина в почве и воде. 217

- | | |
|---|-----|
| 5. Временные методические указания по определению омаита методами ГЖХ и ТСХ в почве, в воде и растениях. | 224 |
| 6. Методические указания по определению хлората магния в почве, воде, растениях (подсолнечнике, луке) и в воздухе полярографическим и хроматографическим (ТСХ) методами. | 230 |
| 7. Временные методические указания по определению остаточных количеств некоторых аналогов ювенильного гормона (алтосида, алтозара и п-бромфенилового эфира гераниола) в растениях картофеля и почве методами ТСХ и ГЖХ. | 247 |
| Дополнения | 258 |

Л- 71958 от 20. I. 83г Тираж 2000 экз., заказ № 1873

Типография ВАСХНИЛ