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 УП

Москва - 1976 г.

gost.e-ecolog.ru

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГЕРБИЦИДОВ ЭПТАМА И ТИЛЛАМА В ВОДЕ, ПОЧВЕ, СВЕКЛЕ И ЕЁ БОТВЕ МЕТОДОМ ГАЗО-ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ.

Краткая характеристика препаратов:

Эптам (ЭПТК) - S-этил-N,N-ди-н-пропилтиокарбамат.

$C_2H_5SC(=O)N<^{C_3H_7}_{C_3H_7}$ Мол.вес 189,32

Чистый эптам - прозрачная жидкость с резким специфическим запахом, температура кипения 232°С при 760 мм рт.ст., удельный вес 0,9546 при 30°С. Эптам хорошо растворим в большинстве органических растворителей, в воде его растворимость составляет 375 мг/л при 20°С. Выпускается в виде 76,8 концентрата эмульсии (бурая жидкость) и 5% гранулированного препарата.

Тиллам (ПЭБК) - S-н-пропил-N-этил-N-н-бутилтиокарбамат.

$C_3H_7SC(=O)N<^{C_2H_5}_{C_4H_9}$ Мол.вес 203,25

Чистый тиллам - светлая жидкость с температурой кипения 142,5°С при 20 мм рт.ст., удельный вес 0,9456 при 30°С. Он растворим в обычных органических растворителях, в воде при 20°С растворяется 92 мг/л тиллама. Препаративная форма - 76,4% концентрат эмульсии (бурая жидкость с выраженным специфическим запахом) и 5% гранулированный препарат.

Гербициды эптам и тиллам применяются в сельском хозяйстве, в основном, для предпосевной обработки почвы на посевах сахарной и столовой свеклы.

Принцип метода.[x)]

Метод основан на извлечении эптама и тиллама из почвы или растительного продукта путем перегонки с паром, экстрагирования полученного дистиллята или пробы воды четыреххлористым углеродом и последующем определении препаратов на газовом хроматографе с ионизационно-пламенным детектором.

Реактивы и растворы:

Четыреххлористый углерод х.ч.

---

x) А.М.Ботвиньева, А.Л.Перцовский (Белорусский научно-исследовательский санитарно-гигиенический институт, г.Минск/

Утверждено 22 сентября 1975 г., № 1350-75.

Уксусная кислота ледяная.

Соляная кислота конц., х.ч.

Окись алюминия для хроматографии 2 степени активности.

Натрий сернокислый безводный, х.ч.

Стандартные растворы антама и тиллама в четыреххлористом углероде 100 мкг/мл.

Носитель хроматон N-AW (0,20-0,25 мм), обработанный диметилдихлорсиланом или другой силанизированный носитель типа хромосорба W.

Жидкая фаза - Лукоойл МФ (полиметилфенилсилоксановое масло, 50% фенил) в количестве 15% от веса носителя или силоксановый каучук СКТФТ-50Х в количестве 5%. (Могут быть применены и другие высокотемпературные силиконовые жидкости).

Приборы и посуда:

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором.

Баллоны с азотом особой чистоты, водородом и воздухом.

Прибор для перегонки с паром.

Колонки стеклянные 0,35.70 см.

Шприц на 10 мкл.

Делительные воронки на 250-300 мл.

Колонка стеклянная хроматографическая с острым концом, внутренний диаметр 4 мм, длина 10-11 см.

Фильтр пористый № 2.

Пробирки стеклянные с притертой пробкой высотой 4-5 см.

ОПИСАНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ.

Экстракция препаратов и очистка экстрактов:

1. Вода: К 100 мл воды в делительной воронке на 250 мл прибавляют 2 капли концентрированной соляной кислоты и экстрагируют препараты 1 мл четыреххлористого углерода в течение 3 минут. После отстаивания нижний слой CCl_4 вместе с частью воды сливается в пробирку с притертой пробкой высотой 4-5 см. 2-4 мкл полученного экстракта вводят в хроматограф.

2. Свекла, ботва: 200 г мелко измельченной пробы (свеклу трут на крупной терке, ботву режут ножом) переносят в колбу прибора для отгонки с паром, прибавляют 10 мл ледяной уксусной кислоты и 0,5 л дистиллированной воды. Перегоняют пробу с паром, собирая 200 мл дистиллята (желательно, чтобы время отгонки составляло не более 1 часа).

200 мл полученного раствора препаратов в воде экстрагирукт 2 мл четыреххлористого углерода с добавлением 4 капель конц. соляной кислоты в течение 3 мин. После отстаивания нижний слой CCl_4 сливается в пробирку высотой 4-5 см и аликвотная часть вводится в хроматограф.

При анализе некоторых образцов свеклы и ботвы на хроматограммах обнаруживаются пики коэкстрактивных веществ (конечный экстракт в этом случае имеет желтоватую окраску). Для таких образцов требуется дополнительная очистка: 0,5 мл экстракта вносят в хроматографическую колонку с оттянутым концом, которая заполняется слоем окиси алюминия (1 см) и безводного сернокислого натрия (3 мм). Элюируют экстракт из колонки со скоростью 1-2 капли в секунду, применяя маленькую грушу, и собирают его в маленькую пробирку. Затем колонку промывают 0,5 мл CCl_4, пропуская его таким же образом и в ту же пробирку. 2-4 мкл полученного экстракта вводят в хроматограф.

3. Почва: 200 г почвы отгоняют с паром, собирая 200 мл дистиллята, как описано выше. Затем 100 мл его экстрагируют с 1 мл CCl_4, как описано при анализе воды.

Условия хроматографии:

1. Хроматограф марки "Цвет-5", детектор пламенно-ионизационный.
2. Рабочая шкала электрометра - 1.10^{-11}а или $2,5.10^{-11}$а.
3. Скорость протяжки картограммы самописца - 120 мм/час.
4. Наполнители для колонки приведены в разделе "Реактивы и растворы".
5. Температурный режим: колонки - 120°С, испарителя - 150°С, детектор - не термостатируется.
6. Расходы газов: азота- 45 мл/мин, Воздуха- 450 мл/мин, водорода- 45 мл/мин.
7. Поляризующее напряжение на горелку детектирующей ячейки- -300 в.
8. Линейность детектирования соблюдается в пределах от 2 до 20 нг эптама и тиллама на шкале электрометра 1.10^{-11}а и в пределах 10-50 нг - на шкале $2,5.10^{-11}$а.
9. Вводимые объемы проб - от 1 до 4 мкл.
10. Минимально детектируемое количество препаратов - 2 нг. стандартного раствора эптама и тиллама.

11. Время удерживания - эптама-9 мин, тиллама- 16 мин.

12. Количественное определение проводят по методу сравнения со стандартом. Расчет содержания каждого препарата проводят по формуле:

$$C_x = \frac{H_x \cdot C_{ст.} \cdot V}{H_{ст.} \cdot V_a \cdot A}$$

где: C_x - определяемая концентрация препарата в исследуемой пробе в мг/кг,

$C_{ст.}$ -содержание препарата во введенном объеме стандартного раствора в мкг,

V - конечный объем экстракта в мл,

V_a - объем аликвоты экстракта, введенный в колонку, в мкл,

$H_{ст.}$ - высота пика стандарта в см,

H_x - высота пика препарата в исследуемой пробе в см,

A - навеска пробы в г (или объем в мл).

13. Процент определения (при доверительной вероятности 0,95):

	эптам:	тиллам:
Вода	93,2 ± 1,6	94,8 ± 1,9
Почва (торфянистая и дерново-подзолистая)	91,4 ± 2,7	92,0 ± 3,3
Растительные культуры (свекла столовая и сахарная и ботва)	92,0 ± 3,8	93,3 ± 3,7

14. Чувствительность метода - для воды - 0,01 мг/л, для почвы и растений - 0,02 мг/кг(на шкале электрометра 1.10^{-11}а). При работе на шкале $2,5.10^{-11}$а она может быть увеличена.

СОДЕРЖАНИЕ

Стр.

ХЛОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

Метод определения ДДТ, его метаболитов и ГХЦГ в табочных изделиях способом хроматографии в тонком слое I
авторы: Л.Ф. Васьковская, Л.Е. Бурштейн

Определение остатков кельтана в молоке 7
авторы: В.В.Молочников, В.И.Мочалов.

Определение хлорорганических пестицидов в мясе, мясопродуктах и животных жирах хроматографией в тонком слое II
авторы: И.А.Шумкова,И.Н.Карпова,С.А.Ликунова,Л.Д.Рузанкова.

Определение остатков хлорорганических пестицидов в сырье для производства сухих детских молочных смесей I8
авторы: В.В.Молочников,В.И.Мочалов,Л.Н.Чудакова.

Определение остаточных количеств ЭФ-2 в зерне методом газожидкостной хроматографии с детектором по захвату электронов- авторы:К.Ф.Новикова, Л.И.Лещинская. 24

ФОСФОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

Определение антио и фосфамида в меде 29
автор: Р.Д.Петухов.

Газо-хроматографический метод определения валексона в молоке, органах и тканях животных 33
авторы: В.В.Лещев, Б.А.Королев.

Методика определения варбекса в молоке и тканях животных с помощью газ -жидкостной хроматографии 38
авторы: А.А.Непоклонов, К.Ф.Заболотный,.

Определение остаточных количеств ДДВФ в молоке и воде 42
методом газо-жидкостной хроматографии с термоионным детектором
авторы: Ф.Р.Мельцер, К.Ф.Новикова.

Методика определения дифоса(абата) в мясе, молоке и в воде 46
хроматографией в тонком слое
авторы: Н.П.Бирюкова, Ю.Ф.Моряков,А.А.Непоклонов.

Газо-хроматографический метод определения метафоса в капусте и карбофоса в зерне. 51
авторы: Д.Б.Гиренко, М.А.Клисенко

Методика определения метилнитрофоса в мясе,молоке и яйцах с помощью газо-жидкостной хроматографии 55
Автор: Т.Г.Аббасов

Газо-хроматографический метод определения рогора и антио в яблоках, сливе, смородине 59
авторы: Д.Б.Гиренко, М.А.Клисенко

РТУТЬОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

Газохроматографический метод определения метил- и этилмеркурхлорида в пищевых продуктах,кулинарно обработанных суточных пищевых рационах,кормах и почве 62
автор: В.В.Ермаков

Хроматографический метод определения ртутьорганических пестицидов в кормах,овощах,продуктах животноводства и патматериале 68
автор: В.В.Ермаков

Хроматографический метод определения ртути в рыбе и молочных продуктах 75
авторы: А.М.Шмигидина, М.А.Клисенко, Э.П.Чурпий.

ПРОЧИЕ ПЕСТИЦИДЫ

СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ гатнона в воде и некоторых продуктах растительного происхождения 81
авторы: В.Е.Кириченко,К.И.Пяткевич,И.Я.Постовский

Хроматографические методы определения остаточных количеств 2,4-дихлорфеноксиуксусной кислоты(2,4-Д) в воде, растительном материале и продуктах питания 86
авторы: В.Д.Чмиль, Р.Д.Васянина, М.А.Клисенко

Определение сероуглерода в винограде 99
авторы: С.Л.Акоренко, М.Ш.Векштейн.

Определение остаточных количеств севина в молоке и молочных продуктах методом газо-жидкостной хроматографии с детектором по захвату электронов 104
авторы: И.И.Маневич, В.В.Молочников, Н.И.Жаворонков

Колориметрический метод определения севина и 1-нафтола в тканях животного происхождения и моче 110
авторы: Н.И.Жаворонков, О.А.Малинин

Определение гербицидов эптама и тиллама в воде,почве,свекле и ее ботве методом газо-жидкостной хроматографии 116
авторы: А.М.Ботвиньева, А.Л.Перцовский

Печатный цех МСХ СССР тираж 2000 экз.заказ № 1134
Л- 87948 от 5.У-76 г.

gost.e-ecolog.ru