МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

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

Сборник № 25

Москва
1997 г.

gost.e-ecolog.ru

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-эпидемиологических 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 окружающей среды.

Методические указания апробированы и рекомендованы в качестве официальных Группой экспертов при Госхимкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, 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

СОДЕРЖАНИЕ:

1. Временные методические указания по определению остаточных количеств 2-метил-4-диметиламинометил- бензимидазол- 5 - ол- дигидрохлорида в воде, почве, зерне и зеленой массе кукурузы методом тонкослойной хроматографии.
29.07.91 г. № 6264-91 .....стр.5

2. Методические указания по измерению концентраций 2-амино-4,6 диметил-1,3-пиримидина в воде методом жидкостной хроматографии.
29.07.91 г. № 6152-91 9

3. Временные методические указания по определению 2-амино-4-диметиламино-6-хлор - 1,3,5-триазина в воде хроматографическими методами.
29.07.91 г. № 6161-91 16

4. Временные методические указания по определению 2-амино-4-диметиламино-6- хлор-1,3,5-триазина в воздухе хроматографическими методами.
29.07.91 г. № 6159-91 21

5. Временные методические указания по определению остаточных количеств диметилового эфира аминофумаровой кислоты в воде, почве, яблоках, виноградном соке, эфирных маслах, рисе, картофеле методом газовой хроматографии.
29.07.91 г. № 6230-91 27

6. Методические указания по измерению концентрации диниконазола в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии.
29.07.91 г. № 6156-91 33

7. Методические указания по определению остаточных количеств N-окиси-2,6 - лутидина в воде, почве, зеленой массе люцерны методом тонкослойной хроматографии.
29.07.91 г. № 6179-91 36

8. Временные методические указания по измерению концентраций N-окиси-2,6-лутидина в воздухе рабочей зоны методами газожидкостной и тонкослойной хроматографии.
29.07.91 г. № 6178-91 40

9. Методические указания по измерению концентраций 2-метоксикарбонил-N-(4,6 - диметил-1,3-пиримидин-2-ил)-аминокарбонил-бензолсульфамида и его калиевой соли в воздухе рабочей зоны методом жидкостной хроматографии.
29.07.91 г. № 6171-91 45

10. Временные методические указания по измерению концентраций карбамоил- метил-пиразола в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии.
29.07.91 г. № 6236-91 51

11. Методические указания по измерению концентраций павстима в воздухе рабочей зоны колориметрическим методом.
29.07.91 г. № 6277-91 54

12. Методические указания по измерению концентрации тебутиурона в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии.
29.07.91 г. № 6199-91 57

13. Временные методические указания по измерению концентраций тефлубензурона в воздухе рабочей зоны хроматографическими методами.
29.07.91 г. № 6234-91 61

14. Временные методические указания по измерению концентраций тиолона в воздухе рабочей зоны методами тонкослойной хроматографии и спектрофотометрии.
29.07.91 г. № 6168-91 65

15. Методические указания по измерению концентраций N-(4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2-ил)-N' -(2,5-диметилфенил) сульфонилмочевина в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии.
29.07.91 г. № 6240-91 70

16. Временные методические указания по измерению концентраций флуфеноксурона в воздухе рабочей зоны хроматографическими методами.
29.07.91 г. № 6235-91 73

17. Методические указания по измерению концентраций смеси фосфитов (промежуточные продукты синтеза препарата эфаль-М) в воздухе рабочей зоны фотометрическим методом.
29.07.91 г. № 6266-91 77

18. Методические указания по измерению концентраций хлорсульфурона и его калиевой соли в воде методом газожидкостной хроматографии.
29.07.91 г. № 6167-91 80

19. Методические указания по измерению концентраций хлорсульфурона и его калиевой соли в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии.
29.07.91 г. № 6170-91 87

20. Методические указания по измерению концентраций экостима в воздухе рабочей зоны фотометрическим методом.
29.07.91 г. № 6276-91 94

21. Методические указания по определению остаточных количеств эталфлуралина в семенах хлопчатника и хлопковом масле методом газожидкостной хроматографии.
29.07.91 г. № 6244-91 97

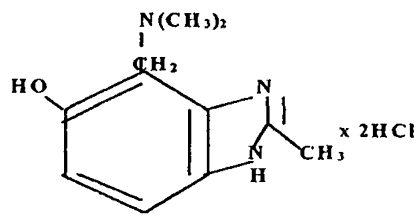
Алфавитный указатель. 106

Утверждено
Министерством здравоохранения СССР
"29" июля 1991 года
№ 6264-91

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ 2-МЕТИЛ-4-ДИМЕТИЛАМИНОМЕТИЛ-БЕНЗИМИДАЗОЛ-5-ОЛ-ДИГИДРОХЛОРИДА В ВОДЕ, ПОЧВЕ, ЗЕРНЕ И ЗЕЛЕНОЙ МАССЕ КУКУРУЗЫ МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ.

1. Краткая характеристика препарата.

Торговое название: Амбиол.
Производитель: Россия.
Действующее вещество: 2-метил-4-диметиламинометил-бензимидазол-5-ол дигидрохлорид.
Структурная формула:



Эмпирическая формула $C_{11}H_{15}N_3O$.

Молекулярная масса 278,18.

Физико-химические свойства: белое кристаллическое вещество с Тпл. 221-226^0 С.
Растворим в воде, этиловом спирте. Основание растворимо в хлороформе,этиловом спирте.
МДУ в продуктах питания - не допускается.
ОДУ в воде водоемов - 0,03 мг/дм^3 ,ОДК в почве - 0,03 мг/кг.
Применяется в качестве регулятора роста растений в посевах кукурузы.

2. Методика определения амбиола в воде, почве, зерне и зеленой массе кукурузы тонкослойной хроматографией.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Метод основан на извлечении амбиола из объектов смесью этилового спирта с аммиаком в соотношении 50:2, экстракции хлороформом из водного раствора коэкстрактивных веществ при pH≤ 1, препарата - при pH≥ 10 и определении хроматографией в тонком слое на пластинках "Силуфол" в подвижной фазе этиловый спирт: аммиак в соотношении 30:2 с обнаружением зон локализации обработкой 0,5%-ным водным раствором нитрита натрия.

Разработчики: Пиленкова И.И., Юркова Р.Г., ВНИТИГ, г. Уфа.

2.1.2 Избирательность метода.

Метод селективен. Определению не мешают хлорорганические и фосфорорганические пестициды.

Метрологическая характеристика метода приведена в таблице.

Таблица

	Значение метрологических характеристик			
	Вода	Почва	Зеленая масса	Зерно кукурузы
Диапазон измеряемых концентраций, мг/кг,л	0,002-0,2	0,003-0,8	0,02-0,8	0,008-0,8
Предел обнаружения, мкг	0,2	0,2	0,5	0,2
Предел обнаружения, мг/кг,л	0,002	0,008	0,02	0,008
Среднее значение определения стандартных количеств, %	73,0	74,0	84,0	81,0
Число параллельных определений, n	6	6	6	6
Стандартное отклонение,%	2,6	3,0	4,1	4,7
Доверительный интервал среднего при P=0,95 и n=6,%	73,0 ±3,9	74,0± 4,5	84,0± 6,2	81,0± 7,0

2.2. Реактивы и растворы.

Ацетон, чда, ГОСТ 2603-79.
Спирт этиловый технический, ГОСТ 18300-72, свежеперегнанный.
Хлороформ, чда, ГОСТ 20015-74, свежеперегнанный.
Кислота соляная, ч, ГОСТ 3118-77.
Аммиак водный, ГОСТ 3760-79.
Натрий сернокислый безводный, хч, ГОСТ 4166-76.
Натрий уксуснокислый 3-х водный, ТУ 199-78.
Натрий азотистокислый, хч, ГОСТ 4197-74.
Натрий хлористый, чда, ГОСТ 4233-77.
Проявляющий реактив - 0,5%-ный водный раствор азотистокислого натрия.
Пластинки "Силуфол" производства фирмы Хемапол, ЧССР, размером 150 х 150 мм.

2.3. Приборы и посуда.

Сосуды СЦ-3, ГОСТ 25336-32 Е.
Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 10391-74 или аналогичные.
Аппарат для встряхивания, ТУ 64-1-1081-73 или аналогичный.

Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М, ТУ 25-11-917-76 или аналогичный, с набором колб.
Воронки делительные, ГОСТ 10054-82, вместимостью 300 мл.
Колбы плоскодонные, ГОСТ 9737-70, вместимостью250 мл.
Колбы Эрленмейера, ГОСТ 9737-70, вместимостью 250 мл.
Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, вместимостью 25 мл.
Пипетки с делениями, ГОСТ 20292-74, вместимостью 10, 5, 1 мл.
Пробирки градуированные с пробками на шлифах, ТУ 1770-74 Е.
Мельница лабораторная (кофемолка).
Сушильный шкаф.

2.4. Отбор проб.

Отбор проб проводится в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов", утвержденными 21.08.1979 г. № 2051-79.

2.5. Подготовка к определению.

2.5.1. Подготовка хроматографической камеры.
Хроматографические камеры за 1 час до начала хроматографирования заполняют подвижными фазами: первую - ацетоном, вторую, стенки которой обложены фильтровальной бумагой - смесью этиловый спирт: аммиак в соотношении 30:2. Объем подвижной фазы в камере должен находиться на высоте не выше, чем 0,7-1,0 см от уровня дна камеры.

2.5.2. Приготовление стандартных растворов.
Стандартный раствор № 1 амбиола концентрации 1 мг/мл готовят растворением навески 0,0250 г в 25 мл этилового спирта в мерной колбе.
Стандартный раствор № 2 амбиола концентрации 0,1 мг/мл готовят разбавлением 5 мл стандартного раствора № 1 до 50 мл этиловым спиртом в мерной колбе.

2.6. Проведение определения.

2.6.1. Экстракция и очистка экстракта.

2.6.1.1. ВОДА. Пробу воды (100 мл), насыщенную хлористым натрием (30 г), помещают в делительную воронку, приливают 3 мл 1N раствора соляной кислоты и экстрагируют трижды хлороформом порциями по 10 мл. Хлороформ отбрасывают. К водному слою приливают 5 мл водного аммиака и экстрагируют амбиол тремя порциями хлороформа по 50 мл. Хлороформные экстракты объединяют, промывают 10 мл воды, пропускают через слой безводного сернокислого натрия, помещенного на фильтровальную бумагу в коническую воронку. Фильтрат концентрируют на ротационном испарителе до объема 1-2 мл, затем в токе воздуха до объема 0,3-0,5 мл и всю пробу наносят на пластинку. Колбу обмывают двумя мл хлороформа, который концентрируют в токе воздуха до объема ~ 0,3-0,5 мл и этот объем также наносят на пластинку в то же пятно.

2.6.1.2. ПОЧВА, ЗЕРНО И ЗЕЛЕНАЯ МАССА КУКУРУЗЫ. Навеску пробы (25 г) экстрагируют трижды смесью этанол: аммиак в соотношение 50:2 мл на механическом встряхивателе в течение 30; 15; 15 мин. Экстракты фильтруют под вакуумом через бумажный фильтр в конической воронке, концентрируют на ротационном испарителе до объема 0,5-1 мл, затем в токе воздуха до отсутствия запаха этилового спирта. К остатку приливают 20 мл дистиллированной воды, 3 мл 1N раствора соляной кислоты и фильтруют через бумажный фильтр. Колбу и фильтр промывают 5 мл дистиллированной воды. К фильтрату приливают 1 мл этилового спирта и экстрагируют 5 раз хлороформом порциями по 5 мл. Хлороформный экстракт отбрасывают. К водному слою приливают 5 мл водного аммиака (pH не менее 10) и экстрагируют четырьмя порциями хлороформа по 20 мл. Объединенный хлороформный экстракт промывают тремя порциями по 5 мл насыщенного

водного раствора хлористого натрия, пропускают через слой безводного сернокислого натрия в конической воронке и концентрируют на ротационном испарителе до объема 1 мл, затем в токе воздуха до ~ 0,3-0,5 мл. Остаток с помощью капилляра наносят на пластинку. Колбу дважды обмывают 2 мл хлороформа, который после концентрирования в токе воздуха до 0,3-0,5 мл также наносят на пластинку.

2.6.2. Условия хроматографирования.

На пластинки с нанесенными пробами на расстоянии 15 мм друг от друга наносят серию стандартных растворов амбиола, содержащих 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 и 20,0 мкг. Для этого в семь пробирок вносят 2; 5; 10 мл стандартного раствора № 2 и наносят в хлороформе, как описано для проб.

Хроматограмму развивают в системе № 1 до тех пор, пока фронт растворителя не поднимется на всю высоту 10 см. После развития в двух системах пластинку подсушивают при температуре 60-80° С и обрабатывают проявляющим реактивом. Амбиол проявляется в виде желтооранжевых пятен на светлом фоне с R_f 0,30±0,03. Окраска пятен и фона устойчивы.

2.7. Обработка результатов анализа.

Количественное определение амбиола в анализируемой пробе проводят путем сравнения площади и и интенсивности пятен пробы и серии стандартов.
Содержание амбиола в пробе (X) в мг/кг или мг/л вычисляют по формуле:[KL1]

$$X = \frac{A}{P}$$

где:
A - количество вещества, найденное в хроматографируемой пробе, мкг;
P - навеска анализируемой пробы в г или объём анализируемой воды в мл.

3. Требования безопасности.

Соблюдать все необходимые "Требования безопасности работы в химических лабораториях, правила устройств, техники безопасности, производственной санитарии, противоэпидемического режима и личной гигиены при работе в лабораториях, отделениях, отделах санитарно-эпидемиологических учреждениях системы Минздрава СССР" № 2455-81 от 20.10. 1981 г., а также соблюдать правила безопасности, принятые для работы с легковоспламеняющимися жидкостями 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-лутидина 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. Тефлубензурон	- 61
30. Тиолон	- 65
31. Утнур	- 70
32. Флуфеноксурон	- 73
33. Фосфитов смесь	- 77
34. Фумар	- 27
35. Хардин	- 80,87
36. Хлорсульфурона калиевая соль	- 80,87
37. Экостим	- 94
38. Эталфлуралин	- 97
39. Эфаль-М,промежуточные продукты синтеза	- 77

gost.e-ecolog.ru