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 XI

Москва - 1981

gost.e-ecolog.ru

Государственная комиссия по химическим средствам борьбы
вредителями, болезнями растений и сорняками при МСХ СССР

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

Часть XI-я

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

Москва - 1981

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 биопрепаратов в продуктах питания, кормах и внешней среде.

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 ИМПиТМ им.Е.И.Марциновского и лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

УТВЕРЖДАЮ:

Заместитель Главного
Государственного санитарного
врача СССР

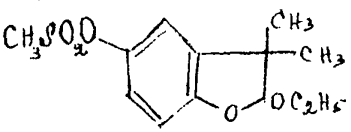
_____ А.И.Заиченко

19 октября 1979г № 2083-79

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ НОРТРОНА В ВОДЕ, ЧЕРНОЗЕМНОЙ ПОЧВЕ И САХАРНОЙ СВЕКЛЕ

I. Характеристика анализируемого пестицида.

Активное вещество нортрона /синонимы: трамат, НЦ 8438/-2-этокси-2,3-дигидро-3,3-диметил-5-бензофуранил-метан-сульфонат.



$C_{13}H_{18}O_5S$

Молекулярная масса 286,4 . Точка плавления: 71°С.

В воде растворяется слабо 0,01% при 25°С и хорошо в органических растворителях - ацетоне, бензоле, хлороформе, этаноле, н-гексане. Гербицид, форма препарата - 20% или 50% эмульгирующийся концентрат. Малотоксичен для теплокровных, $ЛД_{50}$ для крыс 2000 мг/кг. Применяется против двудольных сорняков на посевах сахарной свеклы.

2. Методика определения нортрона в воде, почве и сахарной свекле методом тонкослойной хроматографии

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Метод основан на извлечении пестицида из исследуемой пробы органическим растворителем, очистке экстракта и хроматографировании препарата в тонком слое силикагеля на пластинках "Силуфол UV-254". Подвижными растворителями служат смеси: I - ацетон - изооктан в соотношении 1:1, II - диэтиловый эфир - изооктан в соотношении 4:1. Проявление препарата производится реагентами, после его фоторазложения в течение 20 минут облучением УФ-светом. Метод специфичен и позволяет избирательно определять нортрон в присутствии гербицидов, таких как бетанал, дуал и карбоцимедон. Количественное определение производится путем сравнения интенсивности окраски и размера пятен пробы и стандартных растворов.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода приведена в таблице 1.

2.2. Реактивы и растворы

Ацетон, х.ч.

Бензидин, х.ч.

Изооктан, эталонный, х.ч.

Н-гексан, х.ч.

Хлороформ, х.ч.

Пластинки "Силуфол UV-254"

Натрий сернокислый безводный, х.ч.

Дифениламин, х.ч.

Кислота соляная, х.ч.

Калий марганцевокислый, х.ч.

Таблица I

Метрологическая характеристика метода определения нортрона с помощью тонкослойной хроматографии

Диапазон определяемых количеств /мкг/ - 3-10. Предел обнаружения в пробе - 3-5 мкг

Анализируемая проба	Предел обнаружения, мг/л, мг/кг	Число параллельных определений, n	Размах варьирования, %	Среднее значение определения, %	Стандартное отклонение, %	Относительное стандартное отклонение, %	Доверительный интервал среднего при P = 0,95
Вода	0,02	5	20	88	5,6	6,3	±7,5
Почва	0,1	5	20	85	7,8	9,2	±9,7
Свекла	0,2	5	20	86	8,0	9,3	±10,0
Ботва	0,3	5	20	90	8,7	9,7	±10,8

Метиловый желтый, х.ч.

Натрий едкий, 0,1% раствор

Алюминий сернокислый 0,1н раствор.

Стандартный раствор нортрона /100 мкг/мл/ готовят растворением 0,005г препарата /х.ч./ в 50 мл н-гексана.

Проявляющие реактивы

1. Метиловый желтый: 0,1 г в смеси 75 мл этанола и 25 мл дистиллированной воды.

2. Свежеприготовленный насыщенный раствор дифениламина в ацетоне.

3. 2%-ный раствор бензидина в этаноле.

2.3. Посуда и приборы

Водоструйный или масляный насосы.

Воронки делительные /250, 500 мл/

Воронки химические

Камера для хроматографирования.

Камера для опрыскивания.

Колбы конические на 150 - 250 мл.

Прибор для отгонки растворителя.

Пульверизатор стеклянный.

Пипетки

Микропипетки на 10 и 20 мкг.

Мерные цилиндры

Лампа кварцевая ПРК-4.

Шкаф сушильный.

Эксикаторы.

2.4. Подготовка к определению

2.4.1. Приготовление пластинок

Пластинки "Силуфол" активируют в сушильном шкафу 20 минут при

температуре 130-140°С.

2.5. Проведение определения

2.5.1. Экстракция

Вода. 200 мл анализируемой воды помещают в делительную воронку и трижды по 50 мл экстрагируют н-гексаном /каждый раз по 5 минут/. Экстракты объединяют. Фильтруют через слойбезводного сернокислого натрия, упаривают почти досуха и хроматографируют.

Черноземная почва. 100 г перемешанной и растертой в ступке почвы помещают в плоскодонную колбу, заливают 125 мл н-гексана или диэтилового эфира. Содержимое колбы взбалтывают 10-15 минут и оставляют на 17-18 часов. Растворитель отфильтровывают через фильтр со слоем безводного сернокислого натрия. Колбу и фильтр трижды промывают по 25 мл растворителя. Экстракты объединяют и растворитель выпаривают досуха.

Свекла, ботва. Измельченную навеску 50 г свеклы или 25 г ботвы заливают на ночь н-гексаном или диэтиловым эфиром. Экстракт отфильтровывают, пробу промывают растворителем /три раза по 25 мл/ и присоединяют его к экстракту. Объединенный экстракт высушивают безводным сернокислым натрием и растворитель испаряют досуха.

Сухой остаток переносят в колбу, используя 75 мл 0,1%-ного раствора едкого натра. Затем прибавляют 25 мл 0,1н раствора сульфата алюминия, тщательно перемешивают и через 5-10 минут раствор отфильтровывают через плотный бумажный фильтр в делительную воронку. В воронку приливают 50 мл гексана и встряхивают в течение 5 минут. Операцию повторяют три раза. Гексановые экстракты фильтруют через слой безводного сернокислого натрия, отгоняют до объема 0,2-0,3 мл и наносят на пластинку.

2.5.2. Хроматографирование

Сухой остаток растворяют в небольшом количестве н-гексана и наносят на пластинку. Рядом с пробами наносят стандартные растворы препарата. Пластинку помещают в хроматографическую камеру с системой растворителей ацетон - изооктан /I:I/ или диэтиловый эфир - изооктан /4:1/. После подъема растворителя на высоту 10-12 см пластинку вынимают из камеры и оставляют на воздухе для испарения растворителя. После пластинку выдерживают в УФ-свете в течение 20 минут /лампа ПРК-4/. При наличии нортрона на хроматограмме проявляются коричневые пятна аналогичные пятнам стандартного раствора с $R_f = 0,48 \pm 0,05$ в системе растворителей ацетон - изооктан, а в системе диэтиловый эфир - изооктан с величиной $R_f = 0,53 \pm 0,02$. Затем пластинку помещают в камеру для опрыскивания и орошают проявляющим реактивом I. Нортрон обнаруживается в виде красных пятен на светло-желтом фоне. Возможно проявление хроматограмм так же следующим образом: после хроматографирования и высушивания пластинку облучают УФ-светом 20 минут, а затем опрыскивают насыщенным раствором дифениламина в ацетоне и подвергают опять УФ-облучению на 10-15 минут. Нортрон проявляется в виде синих пятен.

Высокая чувствительность наблюдается при таком определении, когда после облучения УФ-светом пластинку на 5 минут помещают в камеру, насыщенную парами хлора. Для получения хлора на дно эксикатора насыпают 7-10 г перманганата калия и добавляют 15-20 мл концентрированной соляной кислоты. После улетучивания паров хлора пластинку опрыскивают раствором бензидина. Препарат проявляется в виде синезеленых пятен на светном фоне, быстро буреющих на воздухе.

2.6. Обработка результатов анализа

Количественное определение производится путем сравнения площади пятен проб и стандартных растворов. Измерение площади осуще-

вляется с помощью миллиметровой бумаги. Пропорциональная зависимость между площадью пятна и концентрацией препарата наблюдается до 10 мкг. При большом содержании препарата на пластинку наносят часть экстракта

Содержание препарата в исследуемой пробе мг/кг, мг/л находят по формуле: $$X = \frac{A \cdot S_2}{P \cdot S_1};$$ где

A - количество мкг стандартного раствора препарата.

S_1 - площадь пятна стандартного раствора, мм^2.

S_2 - площадь пятна пробы, мм^2.

P - вес или объем пробы, взятой на анализ в г или мл.

2.7. Требования безопасности

Соблюдать все требования безопасности обычно рекомендуемые для работы с химическими реактивами, органическими растворителями и УФ-светом.

2.8. Настоящие методические указания разработаны к.с.-х.н. В.С.Шустровым, к.с.-х.н. М.Ф.Зелениной, Э.В.Кулинцовой, пос.Рамонь, ВНИИЗР, Воронежской области.

С О Д Е Р Ж А Н И Е

Стр.

Хлорсодержащие пестициды

1. Методические указания по определению неорона в меде методом газовой хроматографии I
2. Методические указания по определению нитрохлора и префорана в эфирных маслах и эфиромасличном сырье методом газожидкостной хроматографии 8
3. Методические указания по определению ЭФ-2 в воде и почве газожидкостной хроматографией 14
4. Методические указания по определению хлорорганических пестицидов в воде, продуктах питания, кормах и табачных изделиях хроматографией в тонком слое . . 22
5. Методические указания по определению полихлорированных бифенилов в присутствии хлорорганических пестицидов в птицепродуктах методом газовой хроматографии 45

Фосфорсодержащие пестициды

1. Методические указания по определению остаточных количеств волексона в растительном материале, почве и воде тонкослойной и газожидкостной хроматографией . 52
2. Методические указания по определению остаточных количеств гетерофоса в овощных культурах, почве и воздухе методами тонкослойной и газожидкостной хроматографии 61
3. Методические указания по определению остаточных количеств дурсбана в растительном материале, почве и воде тонкослойной и газожидкостной хроматографией . 67
4. Методические указания по определению остаточных количеств изофоса-3 в рисе, почве и воде газожидкостной и тонкослойной хроматографией 75
5. Методические указания по определению метилнитрофоса и фенитрооксона в зерне и продуктах переработки зерна хромато-энзимным и газохроматографическим методом 84

Стр.

6. Методические указания по определению остаточных количеств рицида "П" в рисе и воде газожидкостной хроматографией 93
7. Методические указания по определению метилнитрофоса, фенитроксона и п-нитрокрезола в зерне и продуктах переработки зерна методом хроматографии в тонком слое 103
8. Энзимно-хроматографический метод определения фосфорорганических пестицидов в растительных продуктах и биосубстратах 109

Азотсодержащие пестициды

I. Производные мочевины, гуанидина, дитиокарбаминовой кислоты, анилиды карбоновых кислот, нитропроизводные, дитиокарбаматы

1. Методические указания по определению дуала в растительном материале, почве и воде хроматографией в тонком слое 118
2. Методические указания по определению остаточных количеств гербицида малорана в почвах с различным содержанием гумуса методом ТСХ 124
3. Методические указания по определению остаточных количеств НЕ-166 в огурцах хроматографией в тонком слое и фотометрическим методом 129
4. Методические указания по определению остаточных количеств тендекса в воде и почве 136
5. Методические указания по определению ФДН (*N',N'*-диметил-*N*-(3-хлорфенил)-гуанидина) в огурцах и воде методом тонкослойной хроматографии 139
6. Методические указания по определению дитана М-45 в продуктах питания растительного происхождения и воде 149

II. Гетероциклические соединения

7. Методические указания по определению базаграна в воде, почве, зерне и растительном материале 152

Стр.

8. Методические указания по определению фунгицида байлетона методом ТСХ в почве, корнях, зеленых листьях, плодах томатов и огурцов I59
9. Методические указания по газожидкостно-хроматографическому определению бентазона в почве и растениях I66
I0. Методические указания по определению диквата в семенах подсолнечника и масле из семян подсолнечника спектрофотометрическим методом I74
II. Методические указания по определению метазина в воде, почве, овощах и биологическом материале методом хроматографии в тонком слое сорбента I8I
I2. Методические указания по определению остаточных количеств симм-триазиновых гербицидов (симазина, атразина, пропазина, прометрина, семерона, мезоранила, метазина, метопротрина) в почве газожидкостной хроматографией I88
I3. Методические указания по определению котофора в семенах хлопчатника методом хроматографии в тонком слое I98
I4. Методические указания по определению ронстара (оксидиазона) в рисе методами газовой и тонкослойной хроматографии 205
I5. Методические указания по определению тачигарена в воде методом тонкослойной хроматографии 209
I6. Методические указания по определению тербацила в эфирных маслах и эфиромасличном сырье методом газожидкостной хроматографии 2I4
I7. Методические указания по определению трифорина в воде 220
I8. Методические указания по определению остаточных количеств текто(тиабендазола) в картофеле и свекле тонкослойной хроматографией 227
I9. Методические указания по определению остаточных количеств феназона в почве, воде, свекле и растительных объектах газожидкостной хроматографией 234

Прочие пестициды

I. Методические указания по определению остаточных количеств хлората магния полярографическим методом ... 243
2. Методические указания по определению нортрона в воде, черноземной почве и сахарной свекле 248
3. Методические указания по определению содержания общей ртути в мясе, яйцах, рыбе, молочных продуктах, почве 255

Бактериальные пестициды

I. Методические указания по определению микробиологических инсектицидов не прямым иммунофлюоресцентным методом 268
2. Методические указания по определению витамицина А в воздухе методом тонкослойной хроматографии 276
3. Методические указания по определению полиэдров вируса ядерного полиэдроза капустной совки на растительных объектах иммунофлюоресцентным методом 280

Дополнения

I. Хроматографическое определение микроколичеств пропанида, линурона, монолинурона и их метаболитов в воде, почве и растительном материале 289
2. Методические указания по определению актеллика растительной продукции, почве и воде 296

gost.e-ecolog.ru