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.

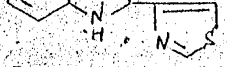
Утверждаю
Заместитель Главного Государственного санитарного врача
Л.И.Заиченко
"19" октября 1979г.
№ 2084-79

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ТЕКТО(ТИАБЕНДАЗОЛА) В КАРТОФЕЛЕ И СВЕКЛЕ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИЕЙ

I. Краткая характеристика препарата.

Текто-системный фунгицид широкого спектра действия. Устойчив к погодным условиям, что обеспечивает длительную активность против болезней растений.

Действующее начало препарата 2-(4-тиазолил)бензимидазол. Т.пл.296-304°С.



$C_{10}H_7N_3S$

мол.масса 201,3

Растворим в ряде растворителей и, практически, нерастворим в воде. Растворимость в диметиловом сульфоксиде - 80,0 мг/мл, в ацетоне 2,8 мг/мл, в этилацетате - 1,7 мг/мл. Растворимость текто в воде при 25°С меняется в зависимости от pH, причем при pH 5-12 она не достигает 0,05мг/мл, ниже pH 5 она возрастает и составляет 1мг/мл.

Применяемый в рекомендованных количествах, текто безвреден для растений, человека и животных. ПУ в картофеле - 10 мг/кг.

2. Методика определения текто в картофеле.

2.I. Основные положения.

2.I.I. Принцип метода.

Метод основан на извлечении текто из картофеля ацетоном, очистке экстракта перераспределением в соляную кислоту, а затем после подщелачивания раствора, в этилацетат, насыщенный водой, с последующим определением методом тонкослойной хроматографии.

2.I.2. Метрологическая характеристика метода.

Максимально детектируемое кол-во 0,5 мкг. на пластинках Silufol UV 254 и I мкг на пластинках с SiO_2 для люминофоров.

Нижний предел определения - 0,07 мг/кг на пластинках Silufol и 0,I3 мг/кг на SiO_2.

Размах варьирования R - 70-I00 %

Среднее значение определения с-83%.

Стандартное отклонение S ± I0,8% при n=I5

Доверительный интервал среднего при P=0,95 и n=5 83,0±I3,9%

2.I.3. Избирательность метода.

Метод селективен. Беномил, БМК., ФОП и ХОП определению не мешают.

2.2. Реактивы и растворы.

Ацетон х.ч. осч. ТУ 6-09-35I3-75

Этилацетат х.ч., ГОСТ 22300-76.

Хлороформ ч.д.а ГОСТ 2I5-74

Спирт этиловый ГОСТ 5963-67.

Гексан ТУ 6-09-3375-73.

Солянная кислота х.ч. ГОСТ 3II8-67, относит. плотность -I,I9, 3% р-р.

Солянная к-та (фиксанал) ТУ 6-09-2540-72, 0,I н р-р.

Аммиак водный чда ГОСТ 3760-64.

Серная кислота, ГОСТ 4204-66, плотность 1,84(20 и 40% р-ры)

Калий иодистый хч ГОСТ 4232-74.

Натрий сернокислый безводный хч ГОСТ 4166-76.

Кали едкое ГОСТ 4203-65 4н раствор.

Окись кремния для люминофоров ГОСТ 9428-60.

Гипс медицинский 3210-66.

Стандартные растворы текто с концентрацией 100 и 10мкг/мл в ацетоне. (Срок хранения 6 мес. при комнатной температуре).

Висмут основной азотнокислый чда, ГОСТ 10217-62.

Реактив Драгендорфа.

850 мг основного азотнокислого висмута растворяют в 40мл дистиллированной воды, приливают 10мл 40% раствора серной кислоты и раствор, содержащий 8г иодистого калия в 20мл воды. Из полученной смеси берут для опрыскивания пластинок (с SiO_2 для люминофоров) 6 мл, приливают 6 мл 20% серной кислоты и 3-5 мл воды, перемешивают. Готовый к употреблению реактив хранить в темном прохладном месте. Срок годности 2 недели.

2.3. Приборы и посуда.

Ротационный вакуумный испаритель ИР-1.

Аппарат для встряхивания.

Лампа УФ света типа "Хроматоскоп" или аналогичная с УФ-излучения 250-260нм.

Водяная баня.

Вакуумный водоструйный насос.

Колбы круглодонные на 500мл. с пришлифованной пробкой.

Колбы плоскодонные на 500мл. с пришл. пробкой ГОСТ10394-63.

Мерные колбы емкостью 100мл ГОСТ1770-74.

Цилиндры мерные ГОСТ 1770-74.

Пробирки центрифужные.

Пипетки емкостью 1мл , 5 мл, ГОСТ 1770-74.

Камера хроматографическая.

Пульверизатор стеклянный.

Сито капроновое (80-70 меш)

Пластинки „ Silufol UV_{254} ",содержащие инертный неорганический люминисцентный индикатор.

Стеклянные пластинки 13х18 см.

Ступка фарфоровая.

Воронки химические.

Делительные воронки ГОСТ 10054-75 на 500мл.

Приготовление хроматографических пластинок

Для приготовления сорбционной массы на 4 пластинки размером 13х18 см берут 12г SiO_2 , просеянной через сито 90-70 меш, 1г. гипса и тщательно растирают в ступке. Затем добавляют 50мл дистиллированной воды, перемешивают, быстро наносят по 3 чайных ложки на каждую пластинку, равномерно распределяют по поверхности. Сушат пластинки при комнатной температуре в течение 12 часов. Пластинки хранят в специальных стеллажах закрытого типа.

2.4. Отбор проб.

Пробу картофеля или свеклы отбирают в соответствии с утвержденными методическими указаниями. Из средней пробы (образца) от каждого клубня вырезают узкий сегмент и для анализа каждой параллельной или по 20г свеклы пробы отвешивают по 15 г картофеля от каждого сегмента.

2.5 Ход анализа

или свеклы

Навеску картофеля помещают в плоскодонную колбу емкостью 500мл, заливают 100мл ацетона, добавляют 1мл 3% HCl и экстрагируют в течение 30 минут с помощью механического встряхивателя. Экстракт фильтруют через бумажный фильтр в круглодонную колбу на 500мл. Операцию повторяют еще 2 раза порциями по 50мл ацетона, встряхивая пробу с растворителем каждый раз по 30 минут. Объединенный экстракт упаривают с помощью ротационного вакуумного испарителя до объема 1-2 мл. в колбу добавляют 30 мл 0,1н раствора соляной кислоты. Раствор фильтруют через бумажный фильтр в делительную воронку и промывают колбу и фильтр 2 порциями по 15мл соляной кислоты. К солянокислому раствору добавляют 2 мл 4н раствора KOH до pH 8-10. Текто извлекают из водного раствора экстракцией 3 порциями по 30 мл этилацетата, насыщенного водой. После разделения слоев водный слой отбрасывают, а объединенный этилацетатный слой сушат над безводным сульфатом натрия. Высушенный раствор порциями фильтруют в грушевидную колбочку ротационного испарителя емкостью 20мл. Растворитель отгоняют до объема 1 мл и добавляют свежую порцию фильтрата. Последнюю порцию отгоняют до объема ~0,1-0,2 мл.

Условия хроматографирования

Подготовленный экстракт количественно наносят при помощи стеклянного капилляра на пластинку.

Колбочку с экстрактом 2-3 раза смывают небольшими порциями ацетона, которые также наносят в центр пятна. Справа и слева от пробы капилляром наносят стандартные растворы, содержащие 1,5;10 мкг препарата. Пластинку помещают в хроматографическую камеру, в

которую залита смесь растворителей гексан-ацетон-аммиак в отношении I:I:0,I. После высушивания пластинки на воздухе ее проявляют под лампой УФ-света типа"Хроматоскоп". Зоны локализации препарата обнаруживаются в виде фиолетовых пятен на зеленоватом фосфоресцирующем фоне, Rf текто 0,45-0,47. Пятна стабильны в течение нескольких дней.

Альтернативные условия хроматографирования

Препарат наносят на стеклянную пластинку со слоем SiO_2 для люминофоров. Развивают пластинку в системе подвижных растворителей:

хлороформ - этиловый спирт - аммиак

в отношении I00:I0:0,I

Затем пластинку высушивают на воздухе и опрыскивают реактивом Драгендорфа. Текто проявляется на пластинках в виде малиновых пятен на оранжевом фоне. Пятна стабильны в течение 3-4 часов.

Величина Rf 0,75-0,77.

2.6 Обработка результата анализа.

Количественное определение производят путем сравнения размеров пятен и интенсивности окраски проб и стандартных растворов.

Содержание препарата в пробе вычисляют по формуле:

$$X = \frac{A}{P}, \text{ где}$$

X - содержание препарата в пробе, мг/кг.

A- количество препарата, найденное путем визуального сравнения со стандартом, мкг.

P - навеска, г.

3. Требования безопасности.

При работе с растворителями соблюдать меры безопасности, принятые для работы с легкогорючими жидкостями.

При работе с УФ-лампой - надевать темные защитные очки.

4. Авторы.

Методические указания подготовлены авторским коллективом ЗНИИХСЗР, г. Москва, Лещинской Л.И., Никиковой К.Ф., Косачевой Е.И.

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