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).

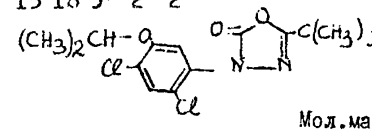
Методические указания согласованы и одобрены отделом перспективного планирования санэпидслужбы ИМПиТМ им.Е.И.Марциновского и лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

"Утверждаю"
Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР
А.И.Заиченко
"I9" октября I979 г.
№ 2096-79

Методические указания по определению ронстара (оксидиазона) в рисе методами газовой и тонкослойной хроматографии

I. Краткая характеристика препарата

Формулы: эмпирическая $C_{I5}H_{I8}O_3N_2CI_2$

структурная 

Мол.масса 345,2

Химическое название:

Третичный бутил -2(дихлоро -2,4-изопропилокси-5-фенил)-4-оксо-5-оксадиазолин-I,3,4

Ронстар - белый кристаллический порошок, $T_{пл.}$ 90°С. Практически нерастворим в воде, мало растворим в этаноле, растворим в ацетоне, бензоле, ацетонитриле. ПДК и ДОК в настоящее время не установлены.

2. Методика определения ронстара в рисе

2.I. Основные положения

2.I.I. Принцип метода

Метод основан на извлечении ронстара из анализируемой пробы ацетоном, очистке экстракта на колоке из окиси алюминия и последующем определении хроматографическими методами.

2.I.2. Метрологическая характеристика метода

Нижний предел определения 0,05 мг/кг

Размах варьирования 70-90 %

Среднее значение определения - 73%

Стандартное отклонение ± I0,8% при n=I3

Доверительный интервал среднего при P=0,95 и n=5-73±I3%

2.I.3. Избирательность метода

Определению не мешают линдан, 4,4'-ДДД, 4,4'ДДТ, ДДЭ

2.2.Реактивы и растворы

Ацетон,хч,ГОСТ 2603-71

н-Гексан,ч,ТУ 6-09-3375-73

Бензол,хч,ГОСТ 5955-75

Хлористый метилен,ч, МРТУ 6-09-5362-66

Натрий сернокислый безводный,ч,ГОСТ 4166-66

Алюминия окись для хроматографии II ст.акт. МРТУ 6-09-5296-68

Алюминия окись с 5% воды.К окиси алюминия прибавляют 5% по объему дистиллированной воды, тщательно перемешивают и оставляют на 12 часов. Хранят в банке с притертой пробкой.

Пластинки "Силуфол"

Проявители: №1 а) Едкий натр,2 н. раствор в смеси этилового спирта и воды 1:1.

б)Тетразол синий, насыщенный раствор в смеси этилового спирта и воды 1:1.

№2. 0,5 г азотнокислого серебра растворяют в 5 мл дистиллированной воды, прибавляют 7 мл водного раствора аммиака (уд.вес 0,9) и доводят до 100 мл ацетоном.

Стандартные растворы: №1. 10 мг ронстара (хч) растворяют в мерной колбе на 100 мл в н-гексане и доводят до метки этим растворителем.Раствор соответствует концентрации 100 мкг/мл. №2. 5 мл раствора с концентрацией 100 мкг/мл вносят в мерную колбу на 100 мл и доводят до метки н-гексаном.

2.3.Приборы и посуда.

Прибор для отгонки растворителей (ротационный испаритель ИР-1 или аналогичный)

Измельчитель твердых веществ (или кофемолка)

Колбы конические емк.250 мл

Воронки химические

Колонки стеклянные хроматографические (200 ммх20 мм)

Пипетки

Камера для хроматографирования

Пульверизаторы

Вата обезжиренная

Цилиндр с делениями емк.100 мл.

Хроматограф с детектором постоянной скорости рекомбинации (электронно -захватный),марки"Цвет" или др.

Микрошприцы на 10 мкл

Колонка стеклянная,диаметр 3 мм,длина 1 м, неподвижная фаза 5 % SE-30 на хроматоне NA-W или любая аналогичная неполярная фаза.

Азот газообразный, особой чистоты, содержание кислорода не более 0,003%.

2.4.Подготовка к определению

Пробу риса отбирают в соответствии с утвержденными методическими указаниями.Размалывают 20 сек в кофемолке.

2.5.Проведение определения

25 г риса помещают в коническую колбу, заливают пробу 50 мл ацетона и оставляют на ночь.Фильтруют растворитель через слой сульфата натрия и упаривают при температуре не выше 50°С до объема 0,3 - 0,5 мл.

Окись алюминия смешивают с гексаном до кашеобразного состояния и наливают в хроматографическую колонку таким образом, чтобы высота слоя сорбента составляла 9-10 см.Сверху помещают слой в 2 см сульфата натрия, промывают колонку 10 мл гексана. Остаток из колбы (после упаривания) количественно переносят в увлажненную гексаном колонку порциями по 1-3 мл хлористого метилена.Препарат элюируют 100 мл хлористого метилена, элюат упаривают до объема 0,2-0,3 мл, остаток упаривают досуха на воздухе.

2.6.Обработка результатов

2.6.1.Качественная идентификация и количественное определение ронстара методом газо-жидкостной хроматографии

Хроматограф с детектором постоянной скорости рекомбинации (электронно-захватный)

Колонка стеклянная,длина 1 м,диаметр 3 мм.

Носитель - хроматон NA-W, 0,16-0,20 мм,силанизированный

Неподвижная фаза - 5% SE-30 (любая аналогичная)

Скорость газа носителя (азота) - 60 мл/мин

Температура термостата колонок - 190°С, детектора - 230°С, испарителя - 230°С.

Шкала - 20.10^{-12}а

Вводимый объем - 3-5 мкл

При указанных выше условиях время удерживания ронстара 4,5 мин. Определению не мешают линдан (время удерживания I минута), 4,4'ДДД (время удерживания 5,4 мин.), 4,4'ДДТ (время удерживания 6,6 мин.).

Расчет проводится по методу абсолютной калибровки.

2.6.2.Определение ронстара методом тонкослойной хроматографии

Перед началом анализа пластинку "Силуфол" активируют нагреванием в сушильном шкафу при 120^0 в течение I часа.

Пробу, концентрированную после очистки до 0,2-0,3 мл, наносят на хроматографическую пластинку на расстоянии I,5 см от нижнего края, параллельно с пробой наносят стандартный раствор ронстара (№I) в количестве 0,02;0,03; 0,04 мл, что составляет 2,3,4 мкг препарата соответственно. Затем пластинку помещают в камеру для хроматографирования с подвижным растворителем - бензолом. После хроматографирования пластинку сушат на воздухе и проявляют одним из проявителей. При проявлении тетразол-синим пластинку следует вначале опрыскать 2 н. водно-спиртовым раствором едкого натра, нагреть в сушильном шкафу при температуре 120^0 в течение 4-х минут.Затем опрыскать насыщенным водно-спиртовым раствором тетразол-синего и вновь поместить в шкаф, нагретый до 120^0, до появления фиолетовых пятен ронстара.

При отсутствии тетразол-синего препарат можно проявить аммиакатом серебра, с последующим облучением УФ-светом.ДДТ и его метаболиты определению не мешают.

Величина R_f ронстара $0,5 \pm 0,05$

Количественное определение проводят путем сравнения интенсивности окраски и размера пятен проб и стандартных растворов.Количество препарата в пробе вычисляют по формуле:

$$X = \frac{A \cdot S_2}{P \cdot S_1}$$

где X- содержание препарата в пробе, мг/кг

A- содержание препарата в стандартном растворе,мкг

S_1- площадь пятна стандартного раствора,$мм^2$

S_2 площадь пятна пробы,$мм^2$

P- масса исследуемой пробы,г.

2.7.Методические указания разработаны Д.Б.Гиренко, М.А.Клисенко (ВНИИГИНТОКС,Киев), З.Ф.Уркова.

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