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).

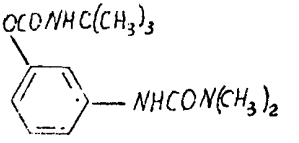
Методические указания согласованы и одобрены отделом перспективного планирования санэпидслужбы ИМПиТМ им.Е.И.Марциновского и лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

"Утверждаю"
Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР
А.И.Заиченко

19 октября 1979г. № 2079-79

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ТЕНДЕКСА В ВОДЕ И ПОЧВЕ

I. Краткая характеристика препарата



Мол.масса 279,34

Тендекс - N-[3-(трет-бутилкарбамоилокси)фенил]-N',N'-диметилмочевина - кристаллическое вещество, $T_{пл.}$ -176-176,5°С. Растворим в ацетоне, хлороформе, диметилформамиде, этаноле и других органических растворителях. Растворимость в воде при комнатной температуре составляет 325 ppm.

Гербицид тендекс поставляется в виде 80% с.п., 4% и 10% гранул.

$ЛД_{50}$ для белых мышей - 3000 мг/кг.

2. Основные положения

2.1 Принцип метода

Метод основан на извлечении препарата из пробы органическим растворителем и последующем хроматографировании в тонком слое силикагеля. В основу процесса проявления положено термическое разложение тендекса, диазотирование и азосочетание образовавшихся при этом ароматических аминов с α-нафтолом.

Метод специфичен в присутствии других гербицидов на основе производных мочевины (монурон, фенурон, диурон, линурон).

2.2 Реактивы и растворы

Ацетон, х.ч. ГОСТ 2603-71

н-Гексан, ч. ТУ 6-09-3375-73

Вода дистиллированная

Кальций сернокислый б/в, чда, просушенный при температуре 150°С в течение 6 час. Хранят в банках с притертой пробкой.

Кислота соляная концентрированная, х.ч., уд.вес 1,18 ГОСТ 3118-67.

Калий едкое, ч. ГОСТ 4203-65

Натрий азотистокислый, ч. ГОСТ 4197-74.

Натрий сернокислый б/в, ч. ГОСТ 4166-66

α- Нафтол, чда
Силикагель КСК с размером частиц 100 меш
Хлороформ, ГОСТ 20015-74
Стандартные растворы химически чистого препарата в этиловом спирте содержащие 1000, 100 мкг/мл
Проявляющие реагенты:

II К раствору 4 мл конц. соляной кислоты в 46 мл дист. воды прибавляют 1 г нитрата натрия и тщательно перемешивают до полного растворения.

2.28 г едкого кали растворяют в 50 мл дист. воды и прибавляют 0,1 г α-нафтола

2.3 Приборы и посуда

Воронки химические ГОСТ 8613-64
Воронки делительные ГОСТ 8663 - 64
Камера для хроматографирования ГОСТ 10565 -63
Камера для опрыскивания хроматографических пластинок ГОСТ 10565-63
Колбы конические, емкостью 250 мл ГОСТ 10394-72
Микропипетки емкостью 0,1 мл ГОСТ 20292-74
Пипетки мерные ГОСТ 20292-74
Сито капроновое (100-150 меш)
Фильтры бумажные ТУ 6-09-1678-77
Цилиндры мерные ГОСТ 1770-74
Аппарат для встряхивания ТУ-64-1-2451-72
Весы технические, разновесы ТУ 64-1-1065-73
Прибор для отгонки растворителей (ротационный испаритель ИР-1) МРТ 42-2589-66
Баня водяная ТУ 64-1-423/72
Пульверизаторы стеклянные
Шкаф сушильный МРТУ 42-1411-61

Пластинки для хроматографирования: для приготовления 7-8 пластинок берут 30 г силикагеля и 10 г кальция сернокислого б/в, просеянных через сито. Компоненты смешивают и тщательно растирают в фарфоровой ступке, постепенно приливая 75 мл дист. воды, до получения однородной массы, которую равномерно распределяют по поверхности пластинок, обезжиренных эфиром или этиловым спиртом.

Приготовленные пластинки сушат в течение суток при комнатной температуре, хранят в эксикаторе.

2.4 Ход анализа

Экстракция препарата из анализируемых проб:

а) Вода (из открытых и подземных водоисточников, питьевая)

100 мл анализируемой пробы помещают в делительную воронку и трижды экстрагируют хлороформом по 20 мл. Объединенный экстракт высушивают безводным сернокислым натрием и отгоняют до небольшого объема.

б) Почва

50 г воздушно-сухой почвы, измельченной в фарфоровой ступке заливают хлороформом и взбалтывают на аппарате для встряхивания в течение 15 мин. Экстракт фильтруют через воронку с безводным сернокислым натрием. Экстракцию производят трижды, экстракты объединяют и отгоняют до небольшого объема.

2.5 Качественная идентификация и количественное определение тендекса (ТСХ)

Аликвотную часть экстракта препарата количественно с помощью микрошприца или микропипетки переносят на хроматографическую пластинку. На эту же пластинку наносят 1, 5, 10 мкг тендекса. Пластинку помещают в камеру для хроматографирования, на дно которой предварительно (за 30 мин. до начала анализа) налита смесь гексана и ацетона в соотношении 5:3.

После поднятия фронта растворителя на 10 см пластинку вынимают из камеры, дают испариться растворителю.

Помещают пластинку в сушильный шкаф, где выдерживают при температуре 160-170°С в течение одного часа. Пластинку помещают в камеру для опрыскивания, обрабатывают проявляющим реагентом 1 и сразу же реагентом 2. Тендекс проявляется на пластинке в виде яркого розово-бурого пятна. Величина R_f в указанном подвижном растворителе 0,45± 0,03.

Метрологическая характеристика метода.

Нижний предел определения: в воде-5 мкг/л; в почве-10 мкг/кг.
Доверительный интервал среднего 85 ?,1

2.6 Методика разработана Демченко В.Р., Мотузинским Н.Ф. (ВНИИГИНТОКС, Киев)

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