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"

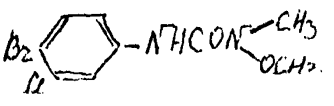
Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР
_____ А.И.Заиченко
28 января 1980г. № 2137-80

Методические указания по определению остаточных количеств гербицида малорана в почвах с различным содержанием гумуса методом ТСХ

I. Краткая характеристика препарата

Гербицид малоран выпускается фирмой Циба в Швейцарии.

Малоран - N' (3-хлор-4-бромфенил)-N'-метокси-N-метилмочевина - твердое кристаллическое вещество, слаборастворимое в воде (36 мг в литре) и хорошо в органических растворителях (этаноле, хлороформе, ацетоне и др.). Точка плавления 94-96°С. Молекулярный вес - 93,6. Препарат малотоксичен для теплокровных животных и человека. $ДД_{50}$ для крыс - 8574 мг/кг, для собак - 1103 мг/кг веса.



2. Методика определения гербицида малорана в почвах с различным содержанием гумуса при помощи тонкослойной хроматографии

2.I. Основные положения

2.I.I. Принцип метода - Методика определения малорана, как большинства производных фенилалкилмочевины, основана

на извлечении препарата из исследуемой пробы хлороформом, очистке, отгонке, обезвоживании употребленного растворителя и хроматографировании в тонком слое окиси алюминия, в системе четыреххлористого углерода и диэтилового эфира (3:2).

Ярко-розовые пятна малорана обнаруживаются на пластинке после термического разложения его (150-170°С) до ароматических аминов, диазотирования последнего нитритом натрия и азосочетания солей производных фенилдиазонила с 1-нафтолом.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода приведена в таблице 1.

Таблица 1.

Тип почвы по содержанию гумуса, %	Предел обнаружения, мг/кг	Число параллельных определений, (n)	Размах варьирования, %	Среднее значение определений, %	Стандартное отклонение, %	Относительное стандартное отклонение %
0,5-1,5	0,05	6	5	90	2,00	2,20
1,5-3,5	0,08	6	10	85	2,20	2,44
3,5-6,0	0,10	6	15	75	4,00	4,44

Избирательность метода: определению могут мешать мочевинопроизводные гербициды, имеющие близкое значение R_f.

2.2. Реактивы и растворы

Диэтиловый эфир

Калий едкий, ч., таблетированный

Кальций сернокислый ($CaO_4 \times 2H_2O$), чда, просушенный в сушильном шкафу при температуре 160°С, в течение шести часов

Натрий сернокислый безводный, чда, ГОСТ 4166-66

1-Нафтол, чда, ГОСТ 5838-70

Нитрит натрия, чда, ГОСТ 4197-66

Окись алюминия для хроматографии, МРТУ 6-09-5296-68 Пет.

Серная кислота, ч., ГОСТ 4204-66

Соляная кислота, ч., ГОСТ 3118-67

Хлороформ, х.ч., ГОСТ 3160-51

Углерод четыреххлористый, чда, ГОСТ 5827-68

Этанол ректификат, МРТУ 6-09-6515-70

2.3. Приборы, аппаратура и посуда

Аппарат для встряхивания, АВУ-I
Баня водяная, ТБ-II0
Воронки конические, Iа
Воронки делительные
Вакуумный насос, ВН-46I-М
Вакуумная установка для отгонки растворителя
Колбы конические, КНШ
Колбы плоскодонные, ПНШ
Пульверизаторы для опрыскивания пластинок
Термостат, ТС-80
Хроматографическая камера - сосуд четырехугольный, СЧ

2.4. Подготовка к определению

2.4.I. Получение химически чистого малорана

Технический препарат малорана растворяют в хлороформе или этаноле (до насыщения) и оставляют на 30 мин. в теплой водяной бане (40-50°С), затем отфильтровывают через бумажный фильтр. Фильтрат выпаривают до небольшого объема и досушивают на воздухе на часовом стекле. При испарении растворителя выпадают белые кристаллы гербицида. R_f малорана в спирте - 0,53; хлороформе - 0,55.

Для обнаружения препарата на пластинке используются два проявляющих реактива:

I. 46 мл H_2O + 4 мл HCI (уд.вес I,I8) + I г нитрита натрия;

2. 2,8 г КОН растворяют в 50 мл H_2O и добавляют 0,I г I-нафтола. Реактивы должны быть свежеприготовленными.

Стандартный раствор малорана - в одном из указанных растворителей с содержанием I00 или 200 мкг/мл. Хранится в прохладном месте. Срок хранения 4-6 месяцев.

2.4.2. Приготовление пластинок

В качестве сорбента берут окись алюминия и кальций сернокислый, предварительно просеянные через нейлоновое сито (I00 меш).

Примечание: чтобы избавиться от хлоридов, которые на пластинках создают фон, часто мешающий определить истинное количество препарата, следует Al_2O_3 предварительно очистить. Для этого адсорбент промывается дистиллированной водой до отрицательной реакции промывных вод на ион хлора, затем отделить алюминия окись на воронке Бюхнера и высушить на воздухе.

Пластинки, приготовленные из такой окиси не дают фона после проявления.

Для приготовления 8-10 пластинок (9х12 см) необходимо смешать 50 г окиси алюминия и 5 г сернокислого кальция. Смесь помещают в колбу и добавляют 75 мл воды, встряхивают 20 минут на качалке. Около 8 г массы ,покачивая, равномерно распределяют по поверхности пластинки. Подготовленные для хроматографии пластинки сушат при комнатной температуре на воздухе и хранят в эксикаторе.

В качестве подвижной фазы брали смесь четыреххлористого углерода с диэтиловым эфиром в объемном соотношении 3:2.

2.5. Проведение определения

2.5.1. Извлечение препарата из почв с различным содержанием гумуса

а) Обедненные почвы (% гумуса от 0,5 до 1,5).

100 г воздушно-сухой почвы, просеянной через сито, заливают хлороформом и ставят на аппарат для встряхивания на 1 час. Затем растворитель отфильтровывают через бумажный фильтр с безводным сернокислым натрием. Почву трижды промывают растворителем по 25 мл. Экстракты объединяют и выпаривают досуха.

б) Почва со средним содержанием гумуса (от 1,5 до 3,5 %).

В данном случае пробы почвы, залитые растворителем, оставляют на ночь. Процесс встряхивания на качалке удлиняют до 3-х раз по 30 минут, каждый раз смывая новой порцией растворителя. Остальные манипуляции те же.

в) Почва с высоким содержанием гумуса (от 3,5 до 6,0 %).

100 г почвы заливают ацетоном и оставляют на ночь, затем пробу ставят на качалку (аппарат для встряхивания) и встряхивают 3 раза по 30 минут, каждый раз смывая 50 мл ацетона. Затем объединяют экстракты и фильтруют через воронку с безводным сернокислым натрием, выпаривают до объема 0,1 мл и наносят на пластинку.

2.5.2. Хроматографирование

На пластинки наносят стандартные растворы и испытуемые пробы, последние трижды обмываются чистым растворителем по 0,1 мл.

Подвижным растворителем служит смесь четыреххлористого углерода и диэтилового эфира (3:2).

После того как растворитель поднимется на 8-12 см, пластинку снимают, отмечают линию фронта и оставляют на несколько минут на воздухе. Затем пластинку помещают в сушильный шкаф, где температура достигает 150-170°С на 45-60 минут. После охлаждения пластинки обрабатывают проявителями №1 и №2 (см. стр. 3). Мадоран проявляется в виде ярко-розовых пятен.

2.6. Расчет результатов анализа ведется по формуле, предложенной Клисенко

$$X = \frac{A}{B}, \text{ где}$$

X - содержание препарата в пробе в мг/кг;
A - количество препарата, найденное путем визуального сравнения размера и интенсивности пятен пробы и стандартного раствора в мкг;
B - вес или объем исследуемой пробы.

3. Требования безопасности

Необходимо соблюдать требования безопасности обычно рекомендуемые для работы с органическими растворителями, концентрированными кислотами. Строго руководствоваться с "Правилами по технике безопасности в химических лабораториях".

4. Авторы:

Настоящие методические указания по определению остаточных количеств гербицида мадорана в почвах с различным содержанием гумуса методом ТСХ разработано

Бажановой Ниной Васильевной - ст.н.с. лаборатории биохимии растений и вредных организмов института защиты растений МСХ Армянской ССР;

Арутюнян Женей Арменаковной - мл.н.с. лаборатории биохимии растений и вредных организмов института защиты растений МСХ Армянской ССР.

5. Литература

1. Клисенко М.А. и др. Химический анализ микроколичеств ядохимикатов. М., 1972.
2. Казарина Е.И., Сабурова П.В. Фотоколориметрическое определение гербицида монурона в тканях растений.

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