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

28 января _ 1980 г № 2125-80

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

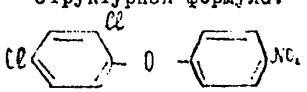
по определению нитрохлора и префорана в эфирных маслах и эфиромасличном сырье методом газожидкостной хроматографии

I. Характеристика анализируемых гербицидов

Нитрохлор - отечественный гербицид, рекомендованный для борьбы с сорняками на шалфее мускатном.

Химическое название: 2′, 4′ - дихлорфенил - 4 - нитро-фениловый эфир

Структурная формула:



Мол. масса 284,1

$C_{12}H_7Cl_2NO_3$

Эмпирическая формула: $C_{12}H_7O_3Cl_2N$

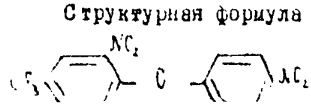
Физико-химические свойства: светло-желтое кристаллическое вещество, температура плавления 70-71°. Растворимость в воде при 25°С - 0,8 мг/л. Хорошо растворим в ацетоне, бензоле, диоксане, четыреххлористом углероде, хуже в спиртах. $ЛД_{50}$ - для крыс - 3050 мг/кг.

Концентрат эмульсии с содержанием д.в. нитрохлора 25% используется при внесении по вегетирующим растениям.

Префоран - гербицид фирмы Сиба-Гейги, рекомендованный для борьбы с сорняками на шалфее мускатном.

Химическое название: 2 , 4′ - динитро-4-трифторметил-дифениловый эфир

Структурная формула



Мол. масса 326,21

Эмпирическая формула: $C_{13}H_7O_5N_2F_3$

Физико-химические свойства: светло-желтое кристаллическое вещество, температура плавления 91,6 – 92,2°С. Трудно растворяется в воде, хорошо растворим в ацетоне, бензоле, ксилоле, диметилформамиде, спирте. $ЛД_{50}$ для крыс – 10000 мг/кг.

Концентрат эмульсии с содержанием д.в. префорана 30% используется при внесении по вегетирующим растениям.

2. Методика определения нитрохлора и префорана в эфирном масле и эфиромасличном сырье

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода. Метод основан на извлечении нитрохлора и префорана из растительного образца ацетоном с последующим перераспределением из ацетоно-водной среды в н-гексан, очистке гексановых экстрактов растений и растворов эфирного масла концентрированной серной кислотой и определении методом ГЖХ с детектором постоянной скорости рекомбинации.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода.

Предел обнаружения: нитрохлора – 0,1 мг, префорана – 0,2 мг.

Предел обнаружения нитрохлора в шалфейном масле – 0,01 мг/кг, в эфиромасличном сырье – 0,002 мг/кг.

Предел обнаружения префорана в шалфейном масле – 0,02 мг/кг, в эфиромасличном сырье – 0,004 мг/кг.

Процент определения нитрохлора в шалфейном масле – 80,4%. Стандартное отклонение при n = 19 – 1,88%.

Процент определения префорана в шалфейном масле – 82,1%. Стандартное отклонение при n = 19 – 1,91%.

Процент определения нитрохлора в растении шалфея мускатного – 75,7%. Стандартное отклонение при n = 19 – 1,72%

Процент определения префорана в растений шалфея мускатного – 78,3%. Стандартное отклонение при n = 19 – 1,53%.

2.1.3. Избирательность метода.

Прочие рекомендованные на шалфее пестициды: хлорофос, диурон, которан, прометрин определению не мешают.

2.2. Реактивы и растворы

- Ацетон – х.ч.
- Гексан – х.ч.
- Серная кислота конц. – х.ч.
- Сульфат натрия безводный – х.ч.
- Азот особой чистоты (газ-носитель)
- Стандартные растворы препаратов в ацетоне – 0,5 мкг/мл
  5% силикона SE-30 нанесенного на хроматон – N – AW, силанизированный ДМCS (0,I6-0,20 мм)
  5% силикона XE-60, нанесенного на хроматон – N – AW, силанизированный ДМCS (0,I6-0,20 мм)

2.3. Приборы, аппаратура и посуда

- Хроматограф Цвет-I06 с детектором постоянной скорости рекомбинации
- Микрошприц МШ-I0 – I0 мкл
- Ротационный испаритель РVO – 64 или эквивалент
- Гомогенизатор – тип 302 либо эквивалент
- Аппарат для встряхивания – АВУ или эквивалент

  Используется стандартная химическая посуда из стекла (колбы Бунзена, Эрленмейера, воронки Бюхнера, химические и делительные, пипетки и др.) выпускаемая отечественной промышленностью.

2.4. Подготовка к определению

Органические растворители перед началом работы необходимо очистить и перегнать, сульфат натрия прокалить при температуре 300-400°С Хроматографическая колонка и детектор кондиционируются в режимных условиях в течение 2-I-х часов.

2.5. Ход анализа

2.5.I. Отбор образцов. Отбор проб на анализ производится в соответствии с "Правилами отбора проб на анализ пестицидов". Отбирают 50 г свежесобранной зеленой массы и I г эфирного масла шалфея мускатного.

2.5.2. Проведение определения.

2.5.2.I. Эфирное масло шалфея мускатного. Навеску I0 г растворяют в 50 мл н-гексана. В делительной воронке емк. 250 мл гексановый раствор промывают концентрированной серной кислотой 3 х 30 мл. Верхний гексановый слой пропускают через безводный сульфат натрия в коническую колбу емкостью I00 мл. Серную кислоту собирают в колбу емкостью 250 мл и через I,5-2 часа снова отделяют гексановый слой, который присоединяют к основному раствору. Объединенный гексановый раствор упаривают досуха на ротационном испарителе при температуре бани 50°С. К сухому остатку по стенкам колбы прибавляют I мл н-гексана закрывают и встряхивают колбу. В испаритель хроматографа вводят 2 мкл раствора.

2.5.2.2. Эфиромасличное сырье шалфея мускатного. Навеску - 50 г гомогенизируют с 200 мл ацетона в гомогенизаторе в течение I5-20 мин. со скоростью 8000 об/мин встряхивают 30-40 мин. Экстракт фильтруют через бумажный фильтр в колбу емкостью 500 мл. Стакан гомогенизатора промывают 3 х 20 мл ацетоном и через фильтр промывной ацетон присоединяют к основному экстракту. Упаривают ацетоновый экстракт на водяной бане при температуре 50°С до I0 мл. Остаток количественно переносят в делительную воронку емк. 500 мл, прибавляют 200 мл дистиллированной воды и реэкстрагируют нитрохлор и префоран 3 х 30 мл н-гексаном. Объединенный гексановый экстракт сушат, пропуская через безводный сульфат натрия и на делительной воронке промывают концентрированной серной кислотой 3 х 30 мл. Дальнейший ход анализа аналогичен вышеописанному для эфирного масла шалфея.

2.6. Обработка результатов анализа

Количественный расчет препарата в анализируемой навеске проводят по следующей формуле:

$$X = \frac{H \cdot V_1}{K \cdot V_2} \cdot A, \text{ где:}$$

X - количество препарата в пробе, мг/кг

H - высота пика препарата в анализируемой пробе, мм

V_1 - объем анализируемой пробы, мл

V_2 - объем инъектируемой пробы, мкл

A - навеска, г

K - калибровочный коэффициент, который определяется по следующей

Условия хроматографического разделения

Колонка	5 % SE - 30	5 % XE - 60
Размер колонки, мм	I000 x 3	I000 x 3
Материал колонки	стекло	стекло
Форма колонки	спираль	спираль
Расход газа-носителя, мл/мин через колонку	60	60
На поддув детектора мл/мин	I50	I50
Температура ^{0}C: испарителя	200	220
термостата колонок	200	200
термостата детекторов	240	240
Хроматографируемый объем, мкл	2	2
Время удерживания нитрохлора, мин	6,73	II,75
Время удерживания префорана; мин	5,33	25,25
Число теоретических тарелок для нитрохлора	I54	552
Число теоретических тарелок для префорана	I32	564
ВЭТТ для нитрохлора	6,49	I,8I
ВЭТТ для префорана	7,58	I,77
Линейный динамический диапазон для нитрохлора, нг	0,I - 5	
Линейный динамический диапазон для префорана, нг	0,2 - I,2	

формуле:

$$K = \frac{1}{4}\left(\frac{H}{CV_1} + \frac{H}{CV_2} + \frac{H}{CV_3} + \frac{H}{CV_4}\right), \text{ где}$$

$H_1; H_2; H_3; H_4$ – высота пиков стандартного раствора препаратов, мм

$V_1, V_2; V_3; V_4$ – объемы стандартного раствора препаратов, вводимые в хроматограф, мкл

C – концентрация стандартного раствора 0,5 мг/кг

Содержание микроколичеств нитрохлора и префорана в пробах вычисляют как среднее их трех параллельных определений.

2.7. Авторы

Методика разработана во ВНИИ эфиромасличных культур старшим научным сотрудником лаборатории гербицидов Барановым Ю.С. Брынзой Е.А. под руководством кандидата сельскохозяйственных наук Хилик Л.А.

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