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.

"У Т В Е Р Ж Д А Ю"

Заместитель главного государственного
санитарного врача СССР

А.И. Заиченко

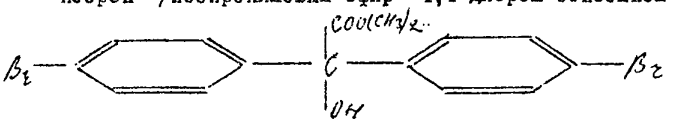
28 января 1980г

№ 2126-80

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ НЕОРОНА В МЕДЕ МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ.

I. Характеристика препарата.

Неорон -/изопропиловый эфир 4,4-дибром бензойной кислоты.



Эмпирическая формула - $C_{17}H_{16}O_3Br_2$.

Молекулярная масса - 428,13.

Синонимы: А-2529, А-2443.

Технический продукт - твердое вещество кремового цвета. Давление паров - 5,5 х 10^{-7} мм.рт.ст. при 20°С. Плохо растворяется в воде, хорошо в большинстве органических растворителей. Стабилен при высокой температуре, нестоек в кислой и щелочной средах. Выпускается в форме 25 и 50% концентрат эмульсии.

Неорон относится к малотоксичным соединениям. $ЛД_{50}$ его при введении в желудок крысам составляет 1,5 - 5 г/кг. Применяется неорон в качестве инсекто-акарицида на хлопчатнике. Перспективен - в борьбе с вредителями садов и варроатозом пчел.

2. Методика определения неорона в меде способом газовой хроматографии.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Метод основан на экстракции неорона ацетоном, перераспределении его в гексан, очистке последнего в статических условиях смесью силикагеля и окиси алюминия и идентификации пестицида способом газовой хроматографии с детектором постоянной скорости рекомбинации.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода.

Диапазон определяемых концентраций - 0,25-25 мкг неорона в анализируемой пробе.

Предел обнаружения - 0,025 мг/кг.

Полнота определения - 77,81%

Стандартное отклонение - 10,4.

Относительное стандартное отклонение - 0,13.

Доверительный интервал - 6,24.

2.2. Реактивы и материалы.

Ацетон - чда, ГОСТ 2603-63.

Гексан - ч, ТУ - 6-09-3375-73.

Бензол - чда, ГОСТ 5955-68.

Натрий сернокислый безводный - ч, ГОСТ 4166-66.

Окись алюминия для хроматографии - ч, 2 степени активности, МРТУ 6-09-5296-68

Силикагель КСК /или КСС/ - обрабатывают методом общепринятым для тонкослойной хроматографии. Продажный силикагель заливают на 20 часов соляной кислотой /I:I/, затем промывают водой и кипятят с разведенной азотной кислотой /I:I/ в течение 2-3 часов. Промывают горячей водопроводной, а затем дистиллированной водой до нейтральной реакции и до удаления следов хлоридов /промывные воды контролируются азотнокислым серебром/. Промытый силикагель сушат при I40°С 6 часов, дробят и просеивают через сито I00 меш.

Вода дистиллированная.

Смесь экстрагентов - бензол 3 части и гексан -I часть.

Хроматон N-AW-DMCS с 5% SE-30 /или ДС-550/.

Стандартный раствор неорона. а/. Отвешивают I0 мг неорона в мерную колбу на I00 мл. Неорон растворяют в гексане и доводят его до метки. Получается основной стандартный раствор с содержанием неорона I00 мкг в I мл.

б/. Из основного растора готовят рабочий стандартный раствор неорона, содержащий I мкг препарата в I мл. Для этого в мерную пробирку на I0 мл с притертой пробкой отмеривают 0,I мл основного стандартного раствора и доводят объем жидкости до I0 мл.

2.3. Приборы и посуда.

Газовый хроматограф "Цвет I06" с детектором постоянной скорости рекомбинации. /Допускается использование другого типа хроматографа с детектором по захвату электронов/.

Вытяжной шкаф.

Воронки делительные - на 100 и 200 мл.

Стаканы химические - на 50 мл.

Воронки химические - диаметр 5 и 3 см.

Цилиндры мерные - на 50 и 10 мл.

Пробирки мерные - цена деления 0,1 мл.

2.4. Ход анализа.

Отбирают среднюю пробу меда в соответствии с действующими инструкциями. 10 г меда растворяют в 10 мл дистиллированной воды. Раствор переносят в делительную воронку. Стакан ополаскивают 30 мл ацетона и сливают его в ту же делительную воронку. Содержимое перемешивают 3 минуты. После разделения жидкости, нижний слой /водный раствор сахаров/ отбрасывают. Верхний слой /ацетоновый экстракт/ переносят в другую делительную воронку и прибавляют 70 мл дистиллированной воды. Неорон реэкстрагируют из водно-ацетонового раствора 2 раза гексаном, используя каждый раз по 10 мл экстрагента. Для этого смесь перемешивают в делительной воронке каждый раз по 3 минуты. Гексан /последовательными порциями/ фильтруют через воронку со слоем безводного сернокислого натрия в выпаривательную чашку. Воронку заправляют следующим образом: в суживающуюся часть воронки диаметром 5 см вводят тампон из белой ваты /50 мг/ и насыпают слой безводного сернокислого натрия - 1 - 1,5 см. Перед использованием воронку промывают 5 мл гексана, который отбрасывают. После окончания фильтрации исследуемого экстракта воронку промывают 5 мл гексана, который сливают в выпаривательную чашку.

В выпаривательную чашку с гексаном добавляют по 200 мг силикагеля и окиси алюминия. После этого гексан выпаривают под тягой вытяжного шкафа при комнатной температуре. Пестициды вымывают из сухого остатка смесью бензола с гексаном - 3:1. Сначала в чашку приливают 3 мл смеси и перемешивают содержимое стеклянной палочкой I минуту. Надосадочную жидкость отфильтровывают через воронку со слоем безводного сернокислого натрия в мерную пробирку. /Воронка диаметром 3 см. В суживающуюся часть воронки вводят тампон из белой ваты - 30 мг и насыпают слой безводного сернокислого натрия - 0,75 см./. Осадок в чашке и фильтр промывают еще 2 раза, используя каждый раз по 2 мл смеси бензол-гексан. Очищенный таким образом экстракт используют для газохроматографического анализа. При необходимости полученный экстракт можно сконцентрировать до объема 2 мл и вводить в хроматограф до I0 мкл жидкости.

2.5. Условия хроматографирования.

Идентификацию неорона в экстракте проводят на газовом хроматографе "Цвет I06" с детектором постоянной скорости рекомбинации. Допускается использование других приборов с различными вариантами электронно захватного детектора. Подготовка прибора к работе производится в соответствии с его техническими требованиями. В качестве газа-носителя и на продувку детектора используют азот особой чистоты.

Расход газа: на колонку - 40 мл минуту.

на продувку детектора - 80 мл минуту.

Режим работы прибора: температура испарителя - 230°С, температура колонки - 220°С, температура детектора - 250°С.

В испаритель хроматографа вводят до 10 мкл стандартного раствора. или очищенного экстракта. Время удерживания неорона на колонке 9 – 10 минут. Линейный динамический диапазон выдерживается в пределах от 0,5 до 10 нг препарата во введенной в испаритель пробе.

2.6. Обработка результатов анализа.

Количественное определение неорона производится путем сравнения высоты пиков опытной пробы и стандартного раствора по следующей формуле:

$$X = \frac{У\ пр. \times Ст \times Н\ пр. \times 100}{У\ вв. \times Н\ ст. \times М\ пр. \times К}$$

Где: X – Количество пестицида в пробе в мг на 1 кг.

У пр. – объем экстракта в мл.

Ст. – количество пестицида в нг., введенное в испаритель хроматографа со стандартным раствором.

Н ст. – высота пика стандартного образца / в см/.

У вв. – количество экстракта введенного в хроматограф / в мкл./.

Н пр. – высота пика испытуемой пробы / в см/.

М пр. – масса пробы взятой для экстракции / в г /.

$\frac{100}{К}$ – Коэффициент для внесения поправки на потери пестицида при экстракции и в процессе подготовки пробы к исследованиям, где К – определяемость неорона в % – 77,8%.

3. Требования безопастности.

Соблюдаются правила по технике безопастности в химических лабораториях.

Настоящие методические указания разработаны О.А. МАЛИНИНЫМ и В.И. ЯРОШЕНКО /Лаборатория фармакологии с токсикологией УНИИЭВ. г.Харьков. Зав. отделом – Академик ВАСХНИЛ И.Н. ГЛАДЕНКО/.

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