Министерство сельского хозяйства
Российской Федерации

Государственная комиссия
по химическим средствам борьбы
с вредителями, болезнями растений и сорняками

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

Сборник № 21
Часть 1-ая

МОСКВА
ЦЕНТР НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ИНФОРМАЦИИ,
ПРОПАГАНДЫ И РЕКЛАМЫ
1994 г.

gost.e-ecolog.ru

Министерство сельского хозяйства
Российской Федерации

Государственная комиссия
по химическим средствам борьбы
с вредителями, болезнями растений и сорняками

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

Сборник № 21
Часть 1-ая

МОСКВА
ЦЕНТР НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ИНФОРМАЦИИ,
ПРОПАГАНДЫ И РЕКЛАМЫ
1994 г.

Государственная комиссия по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками

Редакционная коллегия:

Новикова К.Ф.-начальник сектора ННХСЗР; Калинин В.А.-к.с.н., профессор, зав.кафедры ТСХА; Гиренко Д.Б.-к.х.н., зав.аналитической лаборатории УКР ВНИИГИНТОКС; Борисов Г.С.-зав. КТЛ РРСТАЗР; Устинова Т.Н.-ведущий специалист КТЛ РРСТАЗР.

Настоящие методические указания предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и научно-исследовательских учреждений Минздрава РФ, а также ветеринарных, агрохимических, контрольно-токсикологических лабораторий Минсельхоза РФ и лабораторий других ведомств, занимающихся определением остаточных количеств пестицидов, регуляторов роста растений и биопрепаратов в продуктах питания, кормах и внешней среде.

Методические указания апробированы и рекомендованы в качестве официальных Группой экспертов при Госхимкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками.

Ответственный за выпуск - Орехов Д.А., заместитель председателя Госхимкомиссии -
тел. 207-63-90

Сборник подготовлен к изданию Российской республиканской станцией защиты растений "Главхимзащиты" МСХ РФ
г.Раменское Московской обл., ул.Нефтегазосъемки 11/41 тел.(246) 3-09-52

ОГЛАВЛЕНИЕ

Хлорорганические пестициды стр.

1. Методические указания по групповой идентификации хлорорганических пестицидов и их метаболитов в биоматериале, продуктах питания и объектах окружающей среды методом адсорбционной высокоэффективной жидкостной хроматографией.

29 июля 1991г. № 6129-91.....9..

2. Временные методические указания по определению модауна в эфирных маслах методом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, № 6109-91.....18..

Фосфорорганические пестициды

3. Методические указания по определению бициклада в растительном материале хроматографией в тонком слое.

29 июля 1991г, № 6113-91.....26...

4. Временные методические указания по определению офтанола-Т (по изофенфосу) в воде, почве, зерне и семенах сахарной свеклы.

29 июля 1991г, № 6105-91.....31...

5. Временные методические указания по определению метаболитов ФОП, производных тио- и дитиофосфорных кислот в биоматериале методом тонкослойной и газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, № 6072-91.....36....

6. Методические указания по определению метаболитов фосфамида в биологических средах методом тонкослойной хроматографией.

29 июля 1991г, № 6133-91.....48....

7. Методические указания по определению этримфоса в зерновых культурах методом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, № 6129-91.....57....

8. Методические указания по газохроматографическому определению остаточных количеств этамона в столовой и сахарной свекле,зеленой массе

растений и почве.

29 июля 1991г, № 6094-91.....62.....

9. Методические указания по определению эфаля (этилфосфита алюминия и фосфористой кислоты) в растительных культурах, продуктах их переработки, воде, почве методом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6132-91.....70...

Пиретроиды

10. Временные методические указания по определению изатрина в растительном материале методом тонкослойной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6070-91.....85....

11. Временные методические указания по определению пиретроидов (перметрина, циперметрина, фенвалерата и декаметрина) в молоке и мясе методом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г. N 6093-91.....91...

12. Временные методические указания по определению суми-α в биологическом материале методом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6101-91.....103....

Гетероциклические соединения

13. Временные методические указания по определению остаточных количеств азовита в зерне злаковых, зеленой массе растений, сахарной свекле, яблоках, почве и воде газожидкостной и тонкослойной хроматографией.

29 июля 1991г, N 5371-91.....110.....

14. Методические указания по определению байфидана в зерновых и лекарственных культурах, воде и почве методами газожидкостной и тонкослойной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6131-91.....123....

15. Методические указания по определению бутизана С в воде и почве ме-

тодом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6139-91.....131....

16. Временные методические указания по хроматографическому определению ивина и его метаболита, 2,6-лутидина в воде, овощах (картофель,огурцы,томаты).

29 июля 1991г, N 6079-91.....136.....

17. Временные методические указания по хроматографическому определению ивина в биологическом материале.

29 июля 1991г, N 6078-91.....143.....

18. Временные методические указания по определению остаточных количеств ивина и его комплексов в воде методом тонкослойной хроматографии.

29 июля 1991г. N 6077-91.....149.....

19. Временные методические указания по определению кентавра в воде методом хроматографии в тонком слое.

29 июля 1991г, N 6100-91.....155....

20. Временные методические указания по определению лентаграна в эфирных маслах методом тонкослойной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6111-91.....162.....

21. Временные методические указания по определению рейсера в эфирных маслах лаванды и мяты методом газожидкостной хроматографии

29 июля 1991 г, N 6074-91.....168.....

22. Методические указания по определению топаза в сельскохозяйственных культурах газожидкостной и тонкослойной хроматографией.

8 июня 1989г, N 5009-89.....174....

23. Временные методические указания по определению харелли в воде методом хроматографии в тонком слое.

29 июля 1991г, N 6102-91.....182...

24. Временные методические указания по определению экспромта в воде методом хроматографии в тонком слое.

29 июля 1991г, N 6107-91.....191...

25. Методические указания по определению эллипса в почве, зерне зерновых культур методами газожидкостной и тонкослойной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6273-91.....199...

Нитрофенолы и их производные

26. Методические указания по определению акрекса и диносеба в крови и моче тонкослойной хроматографией.

4 октября 1988г, N 4707-88.....210...

27. Методические указания по определению трефлана в зеленой массе и зерне зерновых культур методом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6125-91.....215..

Производные мочевины и карбаминовой кислоты

28. Временные методические указания по определению остаточных количеств димилина в яблоках тонкослойной хроматографией.

29 июля 1991г, N 6075-91.....222..

29. Временные методические указания по определению остаточных количеств картолина-2 в зерне ячменя, пшеницы и других злаков,гречихи, бобах сои,сухих кормовых травах, почве и воде тонкослойной хроматографией.

29 июля 1991г. N 6097-91.....228.

30. Методические указания по определению картолина-2 в биосубстратах методом тонкослойной хроматографией.

29 июля 1991г, N 6115-91.....240.

Алканкарбоновые кислоты и их производные

31. Методические указания по ускоренному определению 2,4-Д и ТХА в биоматериале (органы и ткани мелких наземных и почвенных животных) методом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6128-91.....247..

32. Методические указания по определению 2,4-Д в воде методом обращенно-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии.

29 июля 1991г. N 6127-91.....253..

Прочие пестициды

33. Временные методические указания по определению набу в эфирных маслах методом тонкослойной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6110-91.....260..

34. Временные методические указания по определению остаточных количеств нафталевого ангидрида в зерне кукурузы, льна и воде тонкослойной хроматографией.

29 июля 1991 г, N 6096-91.....265...

Методические указания по измерению концентраций пестицидов и полупродуктов их получения в воздухе рабочей зоны

1. Методические указания по газохроматрографическому измерению концентраций бутизана в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6138-91.....272....

2. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций виджила в воздухе рабочей зоны.

26 февраля 1991г, N 5325-91.....276....

3. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций глина в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6134-91.....281.....

4. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций грамекса в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г. N 6082-91.....285.....

5. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций гранстара в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6090-91.....289....

6. Методические указания по измерению концентраций оксиме дикамбы в воздухе рабочей зоны тонкослойной хроматографией.

29 июля 1991г, N 6117-91.....295.....

7. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций дикната и адила в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6154-91.....300.....

8. Методические указания по измерению концентраций C_7- C_9 - эфиров 2,4-ДМ; 2,4-Д и 2,4,5 - ТП- кислот в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6119-91.....308.....

9. Временные методические указания по измерению концентраций дуала в воздухе рабочей зоны методом фотометрии, тонкослойной и газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991 г, N 6086-91.....314.....

10 Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций кентавра в воздухе рабочей зоны

29 июля 1991 г, № 6085-91.....323.....

11.Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций лондакса в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6104-91.....329.....

12.Методические указания по хроматографическому измерению концентраций 4-нитро-о-ксилола и 3-нитро-о-ксилола в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6116-91.....334.....

13.Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций омайта в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6269-91.....339....

14.Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций офтанола-Т (по изофенфосу) в воздухе рабочей зоны

29 июля 1991г, N 6087-91.....344....

15.Методические указания по хроматографическому измерению концентраций 4-родан-2-нитроанилина в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6118-91.....349.....

16.Временные методические указания по измерению коонцентраций тиадиазола в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии

29 июля 1991г, N 6084-91.....354.....

17.Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций тотрила в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6089-91.....358.....

18.Временные методические указания по измерению концентраций фоликура в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии

29 июля 1991г, N 6112-91.....362.....

19.Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций фюзилада в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6088-91.....369.....

20.Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций харэлли в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, № 6071-91. ....373.....

21.Временные методические указания по измерению концентраций экспромта в воздухе методом газожидкостной хроматографии

29 июля 1991г, № 6081-91.....378.....

22.Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций эллипса в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, № 6083-91.....383.....

23.Методические указания по измерению концентраций эфаля в воздухе рабочей зоны фотометрическим и газохроматографическим методом.

29 июля 1991г, № 6120-91.....387.....

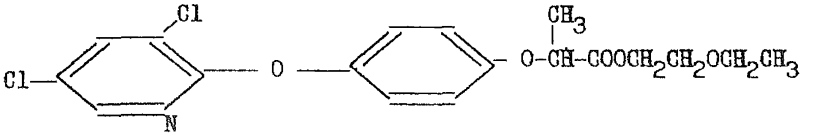
ХЛОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

Утверждено Министерством
здравоохранения СССР
"29" июля 1991 г
№ 6100-91

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ КЕНТАВРА В ВОДЕ МЕТОДОМ ХРОМАТОГРАФИИ В ТОНКОМ СЛОЕ

1.Краткая характеристика препарата

Действующее вещество - этоксиэтиловый эфир 2-/4-(3,5-дихлорпиридил-2-окси)фенокси/пропановой кислоты.



$C_{18}H_{19}Cl_2NO_5$

М.м. 400,28

Химически чистое соединение - кристаллическое вещество коричневого цвета с характерным запахом.Т плавления 68-69^{0}С.Препарат нерастворим в воде,ограничено растворим в этиловом спирте,хорошо растворим в ацетоне, ксилоле,хлороформе.Выпускается в виде 20%-ного к.э.

ДОК,ПДК,МДУ кентавра в настоящее время не установлены.

2.Методика определения

2.1.Принцип метода

Метод основан на извлечении кентавра из пробы воды хлороформом, концентрировании экстракта и определении тонкослойной хроматографией.

Разработчики: А.М.Шмидигина,Н.И.Рева,ВНИИГИНТОКС,г.Киев

2.1.2.Метрологическая характеристика метода

Диапазон определяемых концентраций 0,003-0,02 мг/л;

Предел обнаружения - 0,5-1,0 мкг;

Размах варьирования - 76-80%;

Среднее значение определения стандартных количеств кентавра 78,5%;

Относительное стандартное отклонение среднего -5,0%.

2.1.3.Избирательность метода

Метотд специфичен.Гербициды,относящиеся к другим классам органических соединений,определению не мешают.

2.2.Реактивы и материалы

Кентавр (ВНИИХСЗР), 90%.

Хлороформ, хч,ГОСТ 20015-74.

Ацетон, чда,ГОСТ 2603-79.

Гексан, хч,ТУ 6-09-3375-78.

Этилацетат,хч, ГОСТ 22300-76.

Кислота уксусная ,хч, ГОСТ 18270-72,5% водный раствор.

Кислота лимонная, хч,ГОСТ 908-79, 2% водный раствор.

Аммиак водный, чда, ГОСТ 3760-79.

Серебро азотнокислое, чда, ГОСТ 1277-81.

Бромфеноловый синий, чда, ТУ 6-09-4530-83.

Натрий сернокислый безводный,чда,ГОСТ 4166-76.

Вода дистиллированная,ГОСТ 7602-72.

Пластинки "Силуфол" (ЧССР).

Вата гигроскопическая..

2.3.Приборы,посуда

Весы аналитические ВЛА-200М.

Холодильник бытовой.

Испаритель ротационный ИР-1М, ТУ 25-11-917-76.

Баня водяная,ТУ 64-1-2850-76.

Шкаф электрический сушильный,ТУ 64-1-1411-72.

Вакуумный водоструйный насос,ГОСТ 10396-75.

Колбы грушевидный,ГОСТ 25336-82,вместимостью 50-100 мл.

Колбы мерные,цилиндры,мензурки,пробирки,ГОСТ 1770-74.

Колбы конические плоскодонные,ГОСТ 25336-82.

Холодильник,ГОСТ 25336-82.

Воронки делительные,ГОСТ 25336-82,вместимостью 1 л.

Воронки лабораторные,диаметр 56 мм,ГОСТ 25336-82.

Пипетки, ГОСТ 20292-74,вместимостью на 1;5;10 мл.

Микропипетки,ГОСТ 20292-74,вместимостью на 0,1;0,2 мл.

Пульверизатор стеклянный,ГОСТ 25336-82.

Скальпель.

Камера для хроматографирования,ГОСТ 25336-82.

Камера для опрыскивания пластин,ТУ 25-11-430-70.

2.4.Подготовка к определению

2.4.1.Приготовление стандартного раствора кентавра

10,2 мг (98%-ный препарат) кентавра помещают в мерную колбу на 100 мл, доводят ацетоном до метки.Получают раствор с концентрацией 100 мкг/мл. Годен к употреблению в течение 30 дней.

Рабочие растворы кентавра с концентрацией 2,5;5,0;10,0 мкг/мл готовят в градуированных пробирках с пришлифованной пробкой вместимостью 10 мл соответствующим разбавлением ацетоном стандартного раствора. Хранят рабочие растворы в холодильнике.Годны к употреблению 3-5 дней.

2.4.2.Приготовление растворов проявляющих реагентов,пластинок

1.Раствор азотнокислого серебра в аммиаке и ацетоне -0,5 г азотнокислого серебра растворяют в 5 мл дистиллированной воды,добавляют 12-15 мл аммиака (плотность 0,9 г/см куб) и доводят объем жидкости до 100 мл ацетоном.Раствор хранят на холоде в затемненном месте.Срок хранения 7-10 дней.

2.Бромфеноловый реагент.Готовят два раствора.1.0,5%-ный водно-ацетоновый (1:3)раствор азотнокислого серебра.2.10 мл 0,05%-ного раствора бромфенолового синего в ацетоне.Раствор 2 разбавляют раствором 1 до объема 100 мл.Годен к употреблению в течение 5-7 дней.

После обработки пластин бромфеноловым реагентом осветляют фон обработкой слоя сорбента свежеприготовленным 2%-ным водным раствором лимонной кислоты или 5%-ным водным раствором уксусной кислоты.

3.Очистка натрия сернокислого безводного.Натрий сернокислый безводный (100-200 г) помещают в химический стакан,заливают очищенным н-гексаном (высота растворителя составляет 1,5-2 см над уровнем слоя) и выдерживают 10-15 мин,периодически перемешивая стеклянной палочкой содержимое стакана.Гексан отделяют декантацией.Обработку соли свежими порциями гексана повторяют 2-3 раза.Очищенный гексаном натрий сернокислый безводный переносят на воронку Бюхнера,отфильтровывают,выдерживают в вытяжном шкафу до удаления паров растворителя и высушивают в сушильном шкафу при температуре 110-120 град.С. в течение 3-4 часов.Хранят реактив без доступа влаги.

4.Подготовка пластин "Силуфол".Пластинку "Силуфол" помещают в хроматографическую камеру,содержащую смесь растворителей ацетон-25%-ный аммиак в соотношении 7:3 (об/об).Глубина погружения пластинки в растворитель составляет 0,5 см.После подъема фронта растворителя до верхнего конца пластинки ее вынимают из камеры и выдерживают на воздухе до испарения растворителей.После этого пластинка готова к употреблению.Хранят подготовленные пластинки в эксикаторе над слоем осушителя.

2.5.Отбор проб

Отбор проб производится в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции,продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов"(МЗ СССР, ГСЗУ,Москва,1980,№ 2061-79 от 21.08.79 г).Отобранные пробы следует

хранить в стеклянной таре в защищенном от света месте не более 3 суток.

2.6. Проведение определения

2.6.1.Экстракция

На одно определение берут из анализируемого образца две пробы воды по 500 мл.

500 мл воды помещают в делительную воронку вместимостью 1 л и экстрагируют трижды свежими 15 мл порциями хлороформа,встряхивая каждый раз содержимое воронки в течение 2-3 мин.После четкого разделения фаз экстракт количественно фильтруют через очищенный безводный сульфат натрия в грушевидную колбу на 50 мл для отгонки растворителя на ротационном испарителе или водяной бане.Аналогично проводят обработку другой 500 мл порции воды.Вновь полученный экстракт пропускают через тот же безводный сульфат натрия в воронке в ту же колбу для отгонки растворителя. Растворитель испаряют до объема 1-1,5 мл при температуре 60-63 град.С., остаток растворителя испаряют в токе сжатого воздуха досуха при комнатной температуре.

2.6.2.Хроматографирование

Сухой остаток в колбе растворяют в 1 мл ацетона,закрывают колбу герметично пробкой,перемешивают содержимое,оставляют стоять на 5-7 мин и 0,2 мл полученного раствора наносят микропипеткой на очищенную пластинку "Силуфол".Рядом с пробой наносят по 0,2 мл каждого рабочего раствора кентавра,что соответствует содержанию в пятне 0,5;1,0;2,0 мкг препарата.Пластинку помещают в хроматографическую камеру,куда за 10-15 мин до хроматграфирования наливают смесь растворителей гексан-ацетон (4:1) (смесь 1) либо гексан-этилацетат (4:1) (смесь 2) в таком количестве,чтобы глубина погружения пластинки в растворитель составляла 0,5 см.После подъема фронта растворителя от линии старта на высоту 10 см хроматографирование прекращают.Пластинку выдерживают в вытяжном

шкафу до испарения растворителей и обрабатывают одним из проявляющих реагентов. При обработке аммиакатом серебра пластинку орошают до влажного состояния, выдерживают в вытяжном шкафу 15-20 мин (до исчезновения запаха аммиака) и подвергают УФ-облучению в течение 10-15 мин. (нефильтрованные УФ лучи лампа ПРК-4). Пластинку помещают на расстоянии 20 см от источника света. При наличии кентавра на хроматограмме проявляются пятна серо-черного цвета. Линейный диапазон определения 0,4-1,0 мкг.

После обработки пластинки бромфеноловым реагентом пластинку опрыскивают раствором лимонной (или уксусной) кислоты. О наличии кентавра в пробе свидетельствует появление в этом случае серо-синего пятна на желтом фоне. Линейный диапазон определения 1-10 мкг. Величины R_f кентавра в указанных подвижных растворителях следующие: гексан-ацетон (4:1) - величина R_f 0,44, гексан-этилацетат (4:1) - величина R_f 0,40.

Примечание. При содержании кентавра в пробе больше 0,02 мг/л после испарения хлороформа сухой остаток в колбе растворяют в 2 мл ацетона и анализируют как указано выше.

2.6.3. *Обработка результатов анализа*

Количественная оценка проводятся путем сравнения площадей и интенсивности окраски пятен пробы и рабочих растворов.

Содержание кентавра в анализируемой пробе рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{A \times V}{P \times 0,2}, \text{ где}$$

X - содержание кентавра в исследуемой пробе, мг/л;

A - количество кентавра в пятне пробы, найденное путем сравнения со стандартами, мкг;

P - объем исследуемой пробы, мл;

V - окончательный объем экстракта пробы, мл;

0,2 - объем экстракта пробы, нанесенный на пластинку, мл.

3.Требования безопасности

Следует соблюдать все необходимые требования безопасности, рекомендуемые при работе в химических лабораториях.

gost.e-ecolog.ru