ГОСКОМИССИЯ ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ,
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ ПРИ МИНСЕЛЬХОЗЕ СССР

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

ЧАСТЬ XIII-я

Москва - 1983

gost.e-ecolog.ru

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 XIII

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-1983

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.

Срок действия временных методических указаний устанавливается до утверждения гигиенических регламентов.

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. Марциновского Е.И. и лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

УТВЕРЖДАЮ:

Заместитель Главного Государственного Санитарного врача СССР

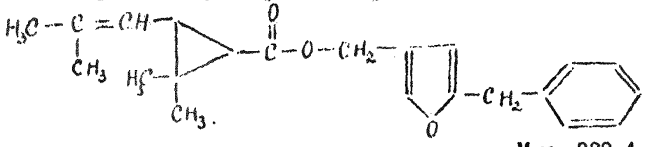
Заиченко А.И.

6 августа 1981г.

№ 2428-81

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ОПРЕДЕЛЕНИЮ ИЗАТРИНА В ПОЧВЕ И ВОДЕ.

I. Краткая характеристика препарата:



М.м. 338,4

изатрин (ресметрин, бензилфурон, ...)

Действующее начало препарата – (±)-цис,трано-(2-бензилфурил-4-метил)хризантемат, . Полностью растворяется в 10% спирте с образованием бесцветной жидкости.

По внешнему виду воскоподобная масса, Т.пл. 43–48°С, Т.кип.180°С, соломенно-желтого цвета, с резким запахом нитрокраски. При смешивании с водой образуется эмульсия белого цвета, легко гидролизуется при действии кислот и щелочей.

Препарат эффективен в малых дозировках (0,0025-0,01% действующего начала) в борьбе с широким рядом вредителей - инсектицид контактного действия. По данным УзНИИСГиПз относится к классу умеренно-токсичных соединений - $ЛД_{50}$ для белых крыс при внутрижелудочном введении равна 840мг/кг, при ингаляционном - 3650 мг/м^3.

2. Методика определения изатрина в почве и воде.

2.I. Основные положения.

2.I.I. Принцип метода.

Методика основана на хроматографии изатрина в тонком слое силикагеля в системе: гексан-хлороформ-бензол, после экстракции хлороформом и очистки экстракта.

2.I.2. Метрологическая характеристика

Диапазон определяемых концентраций: 0,0I-0,Iмг/кг в почве, 0,005-0,I мг/л в воде. Нижний предел обнаружения I мкг. Предел обнаружения в почве 0,0Iмг/кг, в воде 0,005мг/л.

Число параллельных определений 5.

Среднее значение определения (в %) в почве - 83%

в воде - 86,2%

Стандартное отклонение S_n - 0,0025, S_l -0,00075

Относительное стандартное отклонение S_n - 0,0625

S_l -0,0I60

Доверительный интервал среднего при P=0,95 и n=5

почва: для концентрации 0,02 мг/кг - 0,00I29

0,05 мг/кг - 0,003I3

0,I мг/кг - 0,00426

вода: для концентрации 0,0I мг/л - 0,0005

0,05 мг/л - 0,0009

0,I мг/л - 0,0043

2.I.3. Избирательность метода.

2.2. Реактивы и растворы

Изатрин, х.ч., стандартный раствор в хлороформе, содержащий I00 мкг/мл, готовят в мерной колбе из рабочего раствора. Рабочий раствор готовят следующим образом: в мерную колбу (25 или 50мл) со шлифом наливают I0-I5 мл хлороформа, взвешивают, добавляют I-2 капли изатрина, взвешивают и доводят объем до метки. По разнице весов между вторым и первым взвешиванием находят навеску пестицида, рассчитывают концентрацию его. Рабочие и стандартные растворы устойчивы в течение месяца при хранении в темном и прохладном месте.

Ацетон х.ч., ГОСТ 2603-79

Гексан ч., ТУ 6-09-3375-78

Хлороформ х.ч., ГОСТ 2I5-74

Бензол х.ч. , ГОСТ 5955-75

Натрий сернокислый безводный, хч., ГОСТ 4I66-76

Калий марганцовокислый, х.ч. ,ГОСТ 204890-75, 0,25% водный раствор.

Окись алюминия: IIстепени активности

Паранитрофенол ч.д.а,, МРТУ.6-09-6409-69

Медь сернокислая х.ч., ГОСТ 4I65-67

Калий роданистый ч.д.а., ГОСТ 4I39-65

Кадмий иодистый, ч.д.а.,ГОСТ 842I-57

Систему подвижных растворителей готовят за 20минут до хроматографирования: а) гексан-бензол, в соотношении I:I

б) гексан-хлороформ-бензол, в соотношении I:2:I

Проявляющие реактивы должны быть свежеприготовленными:

а) 0,25% раствор марганцовокислого калия

б) 30% раствор сернокислой меди + 10% водный раствор роданистого калия в соотношении I:I

в) 100 мл 5% раствора кадмия иодистого+ I гр паранитрофенола.

2.3. Приборы и посуда.

Камера для хроматографии

Силуфоловые пластинки

Ротационный испаритель ИР-I

Хроматографическая колонка

Пульверизаторы стеклянные

Аппарат для встряхивания

Источник УФ-света

Посуда лабораторная по ГОСТ 1770-74

Фильтры для тонких осадков

Делительные воронки

Микрошприцы или микропипетки

2.4. Отбор, хранение и доставка проб.

2.4.I. Отбор проб производится в соответствии с унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов, утвержденными Заместителем Главного Государственного Санитарного врача СССР от 2I.08. 1979 г. за № 2051-79.

2.5. Проведение определения.

2.5.I. Почва, 50 г. сухо-воздушной почвы, измельченой, просеянной через сито с диаметром отверстий I мм, помещают в коническую колбу, увлажняют 100 мл ацетона и встряхивают на аппарате для встряхивания в течение I5 минут, фильтруют после отстаивания через плотный фильтр со слоем б/в сернокислого (2-3 гр).

Экстракцию повторяют дважды порциями ацетона по 30 мл.

Объединенные экстракты упаривают при 50°С до объема 5-10 мл и пропускают через хроматографическую колонку, заполненную окисью алюминия и безводным сернокислым натрием. Предварительно колонку промывают ацетоном. Элюируют изатрин из колонки 20 мл ацетона. Первые 5 мл элюата отбрасывают. Экстракт упаривают на водяной бане до объема 0,2-0,3 мл.

2.5.2 Вода. 200 мл воды помещают в делительную воронку, трижды экстрагируют 20 мл хлороформа в течение 20 минут. Экстракты объединяют, сушат б/в сернокислым натрием (10 г.) в течение 15 мин. Отгоняют растворитель на водяной бане до объема 0,2 - 0,3 мл.

2.6. ХРОМАТОГРАФИРОВАНИЕ

Экстракт количественно наносят на силуфоловую пластинку микрошприцем так, чтобы диаметр пятна не превышал 1 см. Центр пятна должен быть на расстоянии 1,5 см от нижнего края пластинки. Колбочку с экстрактом 2 - 3 раза смывают небольшими порциями хлороформа и наносят в центр первого пятна. Справа и слева от пробы на расстоянии 2см наносят стандартные растворы изатрина, содержащие 5, 10 или 20 мкг препарата.

Пластинку помещают в хроматографическую камеру, в которую за 20-30 минут до хроматографирования залита смесь растворителей: гексан-бензол (1:1). После того как фронт растворителя поднимется на 10 см, пластинку вынимают и оставляют на 10-15 минут на воздухе для испарения подвижного растворителя. Пластинку обрабатывают 0,25% раствором марганцовокислого калия, на розовом фоне появляются желтые пятна с R_f=0,35± 0,05.

2.6.1. Альтернативные условия хроматографирования.

Пластинку помещают в систему подвижных растворителей:

гексан-хлороформ-бензол в соотношении I:2:I, проявляют изатрин 30% раствором сернокислой меди + I0% водный раствор роданистого калия в соотношении I:I, пластинку помещают в сушильный шкаф, нагретый до II0°, на 5-8 минут. Изатрин проявляется на пластинке в виде темно-коричневых пятен на фиолетовом фоне с Rf=0,78+0,0I.

При проявлении пластинки смесью (В) изатрин локализуется в виде темных пятен на бледно-фиолетовом фоне.

2.7. Обработка результатов анализа.

Количественное определение изатрина проводят путем сравнения интенсивности окраски и измерения площади пятна пробы и того стандарта, площадь которого наиболее близка по величине и интенсивности пятна пробе.

Концентрацию изатрина (Х) в (мг/кг) или (мг/л) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{A}{P}$$, где

А- количество изатрина, найденное в анализируемой пробе, мкг

Р - навеска анализируемой пробы: почвы (в г), воды (в. мл)

3. Требования безопасности.

Соблюдаются общие правила по технике безопасности, необходимые при работе с химическими реактивами, летучими органическими соединениями и пестицидами.

4. Авторы.

Методические указания подготовлены в УзНИИСГиЗз

Тарасовым В.В., Искандаровым Т.И. и Чола В.Д.

ПРИЛОЖЕНИЕ

Метрологическая характеристика метода определения изатрина

Вносимая концентрация (мг/л, мг/кг)	%определения	$\bar{C}$	S	S^2	$\Delta\bar{C}$
ВОДА					
0,01	78	0,0078	0,0004	0,0517	0,0005
0,05	93,6	0,047	0,00075	0,0160	0,0009
0,1	87	0,087	0,0034	0,0386	0,0043
ПОЧВА					
0,02	82	0,0164	0,00103	0,0627	0,00129
0,05	80	0,04	0,0025	0,0625	0,00313
0,1	87	0,087	0,0034	0,0386	0,00426

С О Д Е Р Ж А Н И Е

ХЛОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

Стр.

I. Временные методические указания указания по определению ХОП (ДДТ, ДДЭ, ДДД, -ГХЦГ) в рыбе и рыбной продукции методом газожидкостной хроматографии. I

2. Методические указания по определению ХОП и симтриазиновых пестицидов при их совместном присутствии в почве с помощью ГЖХ. I2

3. Временные методические указания по определению остаточных количеств митрана в воде, сливах и блоках методом ТСХ. 23

ФОСФОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

I. Методические указания по определению афоса в воздухе рабочей зоны методами ГЖХ и ТСХ. 29

2. Временные методические указания по определению бомстара в ботве и клубнях картофеля, листьях и стеблях хлопчатника, капусте, почве и воде ТСХ и ГЖХ. 36

3. Методические указания по определению глифосата и его метаболита- аминометилфосфоновой кислоты методом хроматографии в воде, почве, растительном материале. 46

4. Методические указания по определению остаточных количеств дурсбана в воде, почве, лесной растительности и биосредах методом ТСХ. 54

5. Временные методические указания по определению каунтора в растениях сахарной свеклы и почве методом ТСХ. 6I

6. Методические указания по определению метилмеркаптофоса в воде, почве, винограде и зеленой массе хмеля ГЖХ и ТСХ. 67

7. Временные методические указания по определению офунака методами ГЖХ и ТСХ в почве, растениях, воде водоемов. 76

8. Временные методические указания по определению протиофоса в растительном материале, почве и воде методами ГЖХ и ТСХ. 82

9. Временные методические указания по определению селекрона в растительной продукции, почве и воде ТСХ и ГЖХ. 91

10. Временные методические указания по определению хлорофоса энзимно-хроматографическим методом в листьях белладонны и траве мяты перечной. 98

11. Методические указания по определению в зерне и продуктах его переработки ФОП, применяемых для обеззараживания зерна и зернохранилищ, хроматографическими методами. 105

АЗОТСОДЕРЖАЩИЕ ПЕСТИЦИДЫ

1. Методические указания по определению остаточных количеств акрекса, диносеба, каратана, ДНОКа в воде, почве и растительном материале хроматографическими методами. 119

2. Временные методические указания по определению байгона методом ГЖХ в молоке. 138

3. Временные методические указания по определению барнона в воде, почве, растениях методом ГЖХ. 148

4. Методические указания по определению кронетона в воде,почве,корнеклубнеплодах и растительном материале ТСХ. 154

5. Временные методические указания по определению ридомила методом хроматографии в воде,почве,растительном материале. 160

6. Временные методические указания по определению ровраля методом ТСХ в воде,почве,томатах,картофеле,винограде,виноградном соке и вине. 168

7. Временные методические указания ронилана в растительной продукции,почве и воде ТСХ и ГЖХ. 175

8. Временные методические указания по определению эвисекта в растительной продукции,почве и в воде ТСХ. 182

9. Временные методические указания по определению этиримола в растительной продукции,почве и воде ТСХ. 188

ПРОЧИЕ ПЕСТИЦИДЫ

I. Временные методические указания по определению гранилбутирата методом ГЖХ и ТСХ в почве,воде,корнеплодах и листьях сахарной свеклы. 195

2. Временные методические указания по определению бромпропилата(неорона) в яблоках и цитрусовых методом газовой хроматографии. 206

3. Временные методические указания по определению иллоксана в воде и почве методом ГЖХ. 211

4. Временные методические указания по хроматографическому определению изатрина в почве и воде. 217

5. Временные методические указания по определению омайта методами ГЖХ и ТСХ в почве, в воде и растениях. 224

6. Методические указания по определению хлората магния в почве, воде, растениях (подсолнечнике, луке) и в воздухе полярографическим и хроматографическим (ТСХ) методами. 230

7. Временные методические указания по определению остаточных количеств некоторых аналогов ювенильного гормона (алтосида, алтозара и п-бромфенилового эфира гераниола) в растениях картофеля и почве методами ТСХ и ГЖХ. 247

Дополнения 258

М- 71958 от 20.I.83г Тираж 2000 экз., заказ № 1873
Типография ВАСХНИЛ

gost.e-ecolog.ru