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).

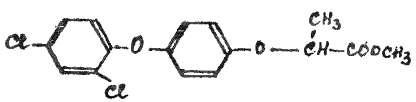
Методические указания согласованы и одобрены отделом перспективного планирования санэпидслужбы ИМПиТМ им. Марциновского Е.И. и лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

"УТВЕРЖДАЮ"
Заместитель Главного Государственного санитарного врача СССР
_____ А.И.Заиченко
22 ноября 1981 г.
№ 2465-81

Временные методические указания по определению иллоксана в воде и почве методом газожидкостной хроматографии

1. Краткая характеристика пестицида

Иллоксан - химическое название метиловый эфир 2-/4-(2^1,4^1-дихлорфенокси)-фенокси/-пропионовой кислоты



Эмпирическая формула $C_{16}H_{14}Cl_2O_4$, молекулярная масса - 341,2.

Торговое название пестицида - ХОЕ 23408, диклофоп-метил.

Иллоксан представляет собой бесцветное кристаллическое вещество с температурой плавления 39-41°С и температурой кипения 175-170°С (при 0,1 мм рт.ст.).

Растворимость (г) в 100 мл при 25°С: этанола - 40, диэтилового эфира - 38, петролейного эфира (фракция 60-95°С) - 16, ацетона и ксилола - практически неограниченна.

Острая оральная токсичность ЛД-50 для собак - 1500 мг/кг, крыс - 580 мг/кг.

Препарат применяется в качестве гербицида как местного,

так и системного действия на посевах пшеницы, сахарной свеклы, капусты, люцерны, картофеля и томатов. ПДК для воды и почвы не разработаны.

2. Методика определения остаточных количеств иллоксана в почве методом газожидкостной хроматографии (ГЖХ)

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Метод основан на экстракции иллоксана из почвы гексаном, из воды хлороформом; концентрировании экстракта на ротационном испарителе, переведении из хлороформного экстракта в гексан для воды и последующим определении методом ГЖХ с использованием электронноахватного детектора.

2.2.2. Метрологическая характеристика метода.

Предел обнаружения - 0,5 нг, что составляет в мг/кг (мг/л); в воде - 0,002, почве - 0,04.

Процент определения иллоксана в воде 90-97, в дерново-подзолистой почве - 88-92, в черноземе - 72,0-76,0 при n= 4 и доверительной вероятности P = 0,95.

Таблица

Анализируемый объект	Среднее значение определения стандартных количеств (2,5 и 20 мкг) %	Стандартное отклонение %	Средняя квадратическая ошибка среднего арифметического, %	Доверительный интервал, %	Относительная погрешность измерения, %
Вода	93,0	3,8	1,9	4,6	4,8
Дерново-подзолистая почва	87,0	4,4	2,2	5,3	6,1
Чернозем	74,5	3,0	1,5	3,6	4,8

2.1.3. Избирательность метода

Другие пестициды определению не мешают.

2.2. Реактивы и растворы

Н-гексан, х.ч. ТУ6-09-3375-78, дважды перегнанный.

Хлороформ, х.ч. ГОСТ-20015-74, дважды перегнанный.

Натрий сернокислый безводный, х.ч., ГОСТ 4166-76.

Натрий двууглекислый, х.ч., 1% раствор, ГОСТ 2156-76.

Эталонный раствор малоксана в н-гексане концентрацией 100 мкг/мл, приготовленный в мерной колбе емкостью 100 мл, хранится в холодильнике при 1-3°С в течение 1 года. Рабочий раствор (1,0 мкг/мл) хранится в таких же условиях в течение 1 мес.

Насадки для колонок:

5% SE-30 на хроматоне N - AWДМХС (0,125-0,160 мм), 5% ХЕ-60 на хроматоне N AWДМХС (0,125-0,160 мм).

Азот особой чистоты, ГОСТ 9293-74.

2.3. Приборы, аппаратура и посуда.

Газовый хроматограф (Цвет-5, Цвет-106, Газохром-1109 или др.), имеющий электронно-захватный детектор.

Колонки стеклянные длиной 1 метр и внутренним диаметром 3,5 мм.

Микрошприцы "МШ-1" и МШ-10".

Ротационный испаритель, ГОСТ 10800-77

Баня водяная, ТУ 64-1 2850-76

Аппарат для встряхивания, ТУ 64-1-2451-78

Колбы плоскодонные вместимостью 250 мл для экстракции

Воронки лабораторные диаметром 8 см, ГОСТ 8613-75.

Пипетки вместимостью 1,0; 2,0; 10 мл, ГОСТ 1770-74

Делительные воронки цилиндрические вместимостью 1 л., ГОСТ 8613-75.

2.4. Отбор проб.

Отбор и хранение проб производят в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб...", утвержденными заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР А.И.Заиченко за № 2051-79 от 21 августа 1979 г.

2.5. Проведение определения

2.5.1. Почва. Навеску воздушно-сухой почвы 25 г помещают в колбу вместимостью 250 мл, заливают 50 мл гексана, встряхивают в течение 10 мин и оставляют на 16-18 часов.

Гексан сливают в колбу ротационного испарителя через воронку с бумажным фильтром, на который нанесен слой безводного сернокислого натрия (20 г), предварительно смоченного гексаном.

Пробы почвы повторно дважды экстрагируют по 5 мл гексана

встряхиванием в течение 10 мин. фильтр промывают 20 мл гексана.

Гексановые экстракты объединяют и упаривают на ротационном испарителе до 10 мл.

В испаритель хроматографа вводят 1-5 мкл аликвоты.

2.5.2. Вода. Пробу воды 500 мл помещают в делительную воронку вместимостью 1 л, подщелачивают 10% раствором $aHCO_3$ до pH 9, заливают 100 мл хлороформа и встряхивают в течение 15 мин на аппарате для встряхивания. После разделения фаз нижний водный слой сливают в подобную воронку и дважды экстрагируют таким же образом по 100 мл хлороформа.

Объединенные экстракты фильтруют через воронку с бумажным фильтром, на который нанесен слой безводного сернокислого натрия (20 г), предварительно смоченного хлороформом. Фильтр промывают 20 мл хлороформа. Хлороформный экстракт упаривают на ротационном испарителе досуха, а остаток растворяют в гексане (10 мл). В испаритель хроматографа вводят 1-5 мкл конечного экстракта.

2.5.3. Условия хроматографирования

Детектор электронно-захватный

Рабочие шкалы чувствительности электрометра 1.10^{-11}.а, $2.5.10^{-12}$ а. Скорость протяжки диаграммной ленты - 4 мм/мин.

Температурные режимы: испарителя - 220°С, колонки - 210°С, детектора - 220°С.

Скорость газов (азота особой чистоты) - носителя - 60 мл/мин, продувочного 150 мл/мин.

Напряжение, подаваемое блоком питания - 300 в.

2.5.4. Время удерживания

Пестицид	Колонки	
	5% SE-30	5% SE - 30+5% XE-60
Иллоксан	5,2 мин	4,45 мин

Линейность детектирования соблюдается в пределах 0,5-5 нг.

2.6. Обработка результатов анализа

Количественное определение иллоксана проводят путем сравнения высот пиков исследуемого вещества из экстракта и стандартного раствора по формуле:

$$X = \frac{A \cdot H_2 \cdot {}_2 \cdot 100\%}{H_1 \cdot {}_1 \cdot P \cdot K}$$ где:

X - содержание иллоксана в анализируемом объекте, мг/кг (мг/л);

A - количество иллоксана в стандартном растворе, введенном в хроматограф, нг;

H_1 - высота пика стандартного раствора, мм;

H_2 - высота пика анализируемой пробы, мм;

${}_1$ - объем аликвоты, введенной в хроматограф, мкл;

${}_2$ - общий объем экстракта после упаривания или разведения, мл;

P - навеска анализируемого образца, г (мл);

K - полнота определения пестицида в почве (воде), %.

3. Требования безопасности

Соблюдаются требования безопасности, обычно рекомендуемые при работе с легковоспламеняющимися органическими растворителями и сжатыми газами.

Настоящие методические указания разработаны Г.А.Пивоваровым (ЦИНАО) и Б.Г.Цукерманом (Алма-Атинский филиал ЦИНАО).

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