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"

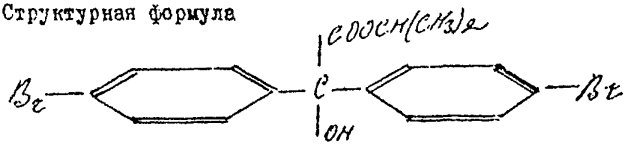
Заместитель Главного Государственного
Санитарного врача СССР
А.И. ЗАЙЧЕНКО
"22" октября 1981 г.
№2476-81

Временные методические указания
по определению бромпропилата /неорона/ в яблоках и
цитрусовых методом газовой хроматографии.

I. Краткая характеристика препарата.

Бромпропилат - /изопропиловый эфир 4,4-дибром бензиловой кислоты/.

Структурная формула



Эмпирическая формула - $C_{17}H_{16}O_3Br_2$.
Молекулярная масса - 428,12.
Синонимы: Неорон, А-2529, А-2443.МС 1985I

Физические и химические свойства. Технический продукт - твердое вещество кремового цвета. Давление паров - $5,5 \times 10^{-7}$ мм рт. ст. при 20°С. Плохо растворяется в вода, хорошо - в большинстве органических растворителей. Стабилен при высокой температуре. Нестоек в кислой и щелочной средах. Выпускается в форме 25-50% концентрат эмульсии и смачивающегося порошка.

Токсикологическая характеристика. Бромпропилат относится к малотоксичным соединениям. $ЛД_{50}$ при введении его в желудок крысам - 1,5 - 5 г/кг.

Применяется в качестве инсекто-акарицида на хлопчатнике. Перспективен в качестве инсекто-акарицида в борьбе с вредителями садов, а также варроатозом пчел.

2. Методика газохроматографического определения бромпропилата /неорона/ в яблоках и цитрусовых.

2.1. Основные положения.

2.1.1.Принцип метода.

Методика основана на газохроматографическом определении бромпропилата /неорона/ с детектором постоянной скорости рекомбинации на колонке с 5% неподвижной фазы SE-30 /или ДС-550/, после экстракции ацетоном и очистки экстракта путем осаждения примесей с помощью уксуснокислого свинца.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода.

Предел обнаружения - 0,02 мг/кг.
Диапазон определяемых концентраций - 0,2 - 50 мкг бромпропилата в анализируемой пробе.
Размах варьирования - 65 -92%.
Полнота определения /среднее значение/ - 78,0%.
Стандартное отклонение - 10,1%.
Относительное стандартное отклонение - 0,13.
Доверительный интервал - 78,0 ± 4,5%.

2.1.3. Селективность метода.

ГХЦГ, ДДТ /ДДЕ,ДДД/, гептахлор, дилор, кельтан; ТХМ-3 и другие фосфорорганические пестициды определению не мешают.

2.2. Реактивы и растворы.

Ацетон, чда, хч. ГОСТ 2603-79.
Гексан, ч. ТУ 6-09-3375-78.
Бензол, ч. ГОСТ 5955-75.
Натрий сернокислый безводный, ч. ГОСТ 4166-76.
Уксусная кислота /ледяная/. ГОСТ 18270-72.
Окись алюминия,для хроматографии - 2 ст. активности. ТУ 6-09-3916-75.
Силикагель КСК /или КСС/. ГОСТ 3956-76.
Свинец уксуснокислый /или свинец уксуснокислый основной/,ч. ТУ 6-09-4140-75.
Натрий едкий, хч. ГОСТ 4328-77.
Хроматон N-AW-DMCS с 5% SE-30 /или ДС-550/.
Вода дистиллированная . ГОСТ 6709-72.
Кислота соляная, ч. ГОСТ 3118-77.

Кислота азотная, ч. ГОСТ 4461-77.

10% водный раствор уксусной кислоты.

10% водный раствор едкого натрия.

20% водный раствор уксуснокислого свинца или 20% раствор основного уксуснокислого свинца в 5% уксусной кислоте /pH раствора путем добавления 10% раствора едкого натрия, доводят до 5,4-5,6./.

Стандартные растворы бромпропилата в гексане, содержащие 100 и 1 мкг препарата в 1 мл. /Хранят в холодильнике, пригодны в течение 3 и 1 месяца соответственно/.

2.3. Приборы и посуда.

Газовый хроматограф "Цвет-106" с детектором постоянной скорости рекомбинации. /Возможно использование другого типа хроматографа с аналогичным детектором/.

Аппарат для встряхивания.

pH-метр лабораторный.

Центрифуга /объем стаканов 80-100 мл/.

Посуда лабораторная / воронки делительные, воронки химические, стаканы химические, колбы конические со шлифом и притертой пробкой, чашки выпарительные, цилиндры мерные, пипетки/ по ГОСТ 23932-79Е.

2.4. Подготовка к определению.

2.4.1. Отбор, хранение и доставка проб.

Отбор, хранение и доставку 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.

2.4.2. Подготовка силикагеля, используемого для очистки экстрактов.

Силикагель КСК /или КСС/ заливают на 20 часов соляной кислотой /1:1/, затем промывают водой и кипятят с разведенной азотной кислотой /1:1/ в течение 2-3 часов. Промывают горячей водопроводной водой, а затем дистиллированной водой до нейтральной реакции и удаления следов хлоридов /промывные воды контролируют азотнокислым серебром/. Промытый силикагель сушат при 140°С 6 часов, дробят и просеивают через сито 100 меш.

2.5. Проведение определения.

2.5.1. Экстракция препарата из анализируемой пробы.

10 г измельченной пробы заливают 30 мл ацетона и экстрагируют на аппарате для встряхивания 1 час или при периодическом перемешивании 16 часов. После этого экстракт отфильтровывают через слой белой ваты /50 мг/. Остаток в колбе промывают 15 мл ацетона.

2.5.2. Очистка экстракта.

К объединенному экстракту добавляют 20 мл дистиллированной воды и 1 мл 20% раствора уксуснокислого свинца. Пробы помещают в холодильник при -5 - 0 °С на 1 час. Затем осадок отделяют центрифугированием при 3 тыс. оборотах в течение 3 минут. Надосадочную жидкость сливают в делительную воронку. При необходимости /имеются твердые частицы на поверхности/ её дополнительно фильтруют через воронку с ватным тампоном. В делительную воронку добавляют 10 мл 10% уксусной кислоты и 75 мл дистиллированной воды. Бромпропилат реэкстрагируют из этой смеси 3 раза гексаном, используя каждый раз по 15 мл экстрагента. Объединенный экстракт промывают 15 мл 5% водного раствора ацетона и отфильтровывают гексан через воронку со слоем безводного сернокислого натрия в выпарительную чашку. /В суживающуюся часть воронки диаметром 5 см вводят тампон из белой ваты /50 мг/ и насыпают слой безводного сернокислого натрия - 1,5 см. Перед употреблением воронку промывают 10 мл гексана/. После этого через воронку пропускают ещё 5 мл гексана.

В выпарительную чашку добавляют по 200 мг окиси алюминия и силикагеля. Гексан выпаривают под тягой вытяжного шкафа. Пестициды вымывают из сухого остатка в чашке 10 мл смеси состоящей из 3 частей бензола и 1 части гексана. Для этого к сухому остатку в чашке приливают 5 мл указанной смеси растворителей и перемешивают содержимое стеклянной палочкой. Надосадочную жидкость отфильтровывают через воронку со слоем безводного сернокислого натрия в мерные пробирки. /В суживающуюся часть воронки диаметром 3 см помещают тампон из белой ваты /30 мг/ и насыпают слой безводного сернокислого натрия - 0,75 см/. Остаток в чашке и фильтр промывают ещё 2 раза, используя каждый раз по 2,5 мл смеси бензола с гексаном.

2.5.3. Газохроматографический анализ.

Прибор подготавливают к работе в соответствии с техническими требованиями. Расход газа /азот особой чистоты/: на колонку - 40 мл, на продувку детектора - 80 мл в минуту. Колонка стеклянная, длина - I м, диаметр - 4 мм. Рабочая температура: термостата испарителя - 225°С, колонок - 220°С, детектора - 240°С. В испаритель вводят до I0 мкл стандартного раствора или испытуемого экстракта. При необходимости испытуемый экстракт концентрируют до 2 мл. Время удерживания бромпропилата - I2 минут.

2.6. Обработка результатов.

Для количественного определения бромпропилата в пробе используют следующую формулу:

$$X = \frac{Упр. \times Ст \times Нпр. \times 100}{У вв. \times Нст. \times Мпр. \times 78}$$

Где: X - содержание бромпропилата в мг на I кг,

Упр. - конечный объем экстракта в мл.

Ст. - количество нг бромпропилата введенное со стандартным раствором.

Нст. - высота пика стандарта /см/.

Увв. - количество экстракта введенного в хроматограф / в мкл/.

Нпр. - высота пика испытуемой пробы /см/.

Мпр. - масса пробы в г, взятая для анализа.

$\frac{100}{78}$ - коэффициент для внесения поправки на потери препарата в процессе обработки пробы.

3. Требования безопасности.

Требования безопасности общие для работы с химическими реактивами.

Методические указания разработаны:

Малинин Олег Алексеевич - к.в.н., старший научный сотрудник лаборатории фармакологии с токсикологией УНИИЭВ, г. Харьков.

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