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.А.Заиченко

"22" октября 198I г

№ 2463-8I

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

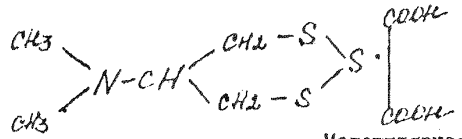
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ЭВИСЕКТА В РАСТИТЕЛЬНОЙ ПРОДУКЦИИ, ПОЧВЕ И В ВОДЕ ХРОМАТОГРАФИЕЙ В ТОНКОМ СЛОЕ

I. КРАТКАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА ПРЕПАРАТА

I.I. Эвисект.

I.2. *N,N* -Диметиламино-I,2,3-тритиана оксалат

I.3. Структурная формула



Молекулярная масса 27I,35

I.4. САН-I55.

I.5. Химически чистое соединение - тиоциклам-белое кристаллическое вещество без запаха с температурой плавления I25-I28°С.

Растворимость при 25°С; в воде 8,4%, в метаноле 1,7%, в этаноле 0,19%. Практически нерастворим в других органических растворителях. Препарат среднетоксичен для теплокровных животных. $ЛД_{50}$ для крыс при оральном введении равно 300 мг/кг.

Выпускается в форме 90%-ного препарата и 5%-ных гранул.

2. МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЭВИСЕКТА

2.I. Основные положения

2.I.I. Принцип метода

Метод основан на определении эвисекта хроматографией в тонком слое силикагеля после экстракции соединения и очистки экстракта путем перераспределения между двумя несмешивающимися жидкостями.

2.I.2. Метрологическая характеристика метода

Минимально детектируемое количество 2-3 мкг.

Нижний предел определения 0,02-0,05 мг/кг

P - размах варьирования, % в растениях 70-95% ≈ 25%

в почве 90 + 70 ≈ 20%

в воде 70 + 100 ≈ 30%

Среднее значение определения, %

в растениях 80,0

в почве 78,0

в воде 85,0

S - стандартное отклонение, %

в растениях 8,0

в почве 7,4

в воде I0,0

Доверительный интервал определения при P = 0,95 и n = 5%

для растений 80,0 ± I0,3

для почвы 78,0 ± 9,0

для воды 85,0 ± I2,9

2.I.3. Избирательность метода

Метод специфичен, другие препараты в данных условиях хроматографирования определению не мешают.

2.2. Реактивы

Хлороформ, х, ч. ТУ 6-09-4263-76
Этилацетат, х.ч. МРТУ 6-09-6515-70
Эфир диэтиловый хч ГОСТ 6262-79
Едкий натр, х.ч. ГОСТ 4328-77
Висмут азотнокислый, чда ГОСТ 4110-75
Ацетон х.ч. ГОСТ 2603-79
Н-Гексан х.ч. МРТУ 6-09-2937-66
Калий иодистый х.ч. ГОСТ 4232-74
Натрий сернокислый безводный, чда ГОСТ 4166-76
Силикагель д/м 5/40 (ЧССР)
Кислота соляная, х.ч. ГОСТ 3118-77
Палладий двухлористый, ч. МРТУ 6-09-1964-64
Гипс чда, ГОСТ 3210
Кислота серная, х.ч. ГОСТ 4204-77
Эвисект

2.2.1. Приготовление стандартного раствора. 10 мг химически чистого эвисекта растворяют в 100 мл этанола.

2.2.2. Проявляющие реагенты

1. 0,85 г азотнокислого висмута растворяют в смеси 40 мл дистиллированной воды и 100 мл 40%-ной серной кислоты. Затем прибавляют раствор, состоящий из 8 г иодистого калия в 20 мл воды. К 6 мл полученного раствора прибавляют 6 мл 40%-ной серной кислоты и объем доводят водой до 25 мл.

2. Раствор хлористого палладия. 0,2 г реактива помещают в колбу на 100 мл, прибавляют 40-50 мл 0,01 н соляной кислоты, колбу опускают на 10-15 минут в водяную баню при 60-70°С. После полного растворения реактива, объем доводят 0,01 н HCl до 100 мл. После опрыскивания хроматограмму помещают под источник УФ-света.

2.3. Приборы, аппаратура и посуда

Аппарат для встряхивания АВУ-1 ТУ 64-1-1081-73
Испаритель ротационный ИР-1М, ТУ 25-11-917-74
Воронки делительные ВД-3-250 ГОСТ 8613-75
Колбы конические нормального шлифа ГОСТ 10394-72
Колбы остродонные ОНТ-50-14/23 ТС ГОСТ 10394-72
Колбы мерные, 100 мл ГОСТ 1770-74
Камера для хроматографирования ГОСТ 10565-73
Камера для опрыскивания ТУ-11-430-70
Пульверизатор стеклянный ГОСТ 1770-74
Микропипетка на 0,1; 0,2 мл ГОСТ 1770-74
Баня водяная ТУ-46-22-608-72
Сушильный шкаф
Источник УФ-света типа ПРК-4

2.4. Подготовка к определению

2.4.1. Приготовление пластинок

Для приготовления сорбционной массы из силикагеля на 10 пластинок 9 х 12 см берут 35 г силикагеля, 2 г гипса и 90 мл дистиллированной воды. Силикагель с гипсом растворяют в фарфоровой ступке, прибавляют воду и размешивают до образования однородной массы. 10 г суспензии наносят на пластинку и равномерно распределяют по поверхности. Сушат пластинки в горизонтальном положении в течение 18-20 часов при комнатной температуре.

2.5. Отбор проб

Отбор проб производится в соответствии с унифицированными правилами отбора проб для определения микроколичеств пестицидов в сельскохозяйственной продукции, продуктах питания и объектах окружающей среды, утвержденные заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР №2051-79.

2.6. Проведение определения

2.6.I. Экстракция

Вода. Пробу воды 200 мл помещают в делительную воронку водным раствором аммиака или I н раствором сухого натра доводят РН до I0. Эвисект экстрагируют тремя порциями этилацетата по 40 мл в течение 5 минут. Объединенный экстракт сушат безводным сернокислым натрием. Концентрируют на ротационном испарителе до небольшого объема (0,2-0,3 мл) при температуре воды около 50°С. Остаток удаляют в токе воздуха.

Почва. I00 г измельченной почвы помещают в коническую колбу, приливают 80 мл смеси ацетона с I0%-ным раствором бикарбоната натрия, в соотношении I : I по объему. Экстракцию проводят путем встряхивания в течение 30 минут. Водноацетоновый слой осторожно отфильтровывают в делительную воронку через складчатый бумажный фильтр. Экстракцию повторяют еще раз.
Экстракт объединяют.

Растительный материал. 25-40 г растительного материала (трава, ботва и клубни картофеля, корни сахарной свеклы) помещают в коническую колбу емкостью 250 мл. Экстрагирование проводят путем встряхивания в течение 20 минут. Экстракт отфильтровывают через бумажный фильтр. Экстракцию повторяют еще два раза.

2.6.2. Очистка экстракта. Объединенный экстракт помещают в делительную воронку. РН раствора доводят концентрированной соляной кислотой до 2-3.

В воронку приливают 25-30 мл хлороформа и встряхивают в течение 3-х минут. После разделения слоев хлороформ отбрасывают. Очистку хлороформом повторяют еще два раза.

РН очищенного раствора водным раствором аммиака доводят до I0.

Экстракцию эвисекта проводят тремя порциями этилацетата по 40-50 мл в течение 5 минут. Экстракт объединяют, сушат безводным

сернокислым натрием и концентрируют на ротационном испарителе до объема 0,2–0,3 мл. Остаток удаляют в токе воздуха.

2.6.3. Условия хроматографирования.

Сухой остаток растворяют в небольшом объеме этанола (0,2–0,3 мл) и наносят на хроматографическую пластинку на расстоянии 2-х см. От нижнего края. Стенки колбы тщательно смывают несколькими каплями того же растворителя, который наносят в центр пятна. Справа наносят стандартные растворы препарата. Пластинку сначала хроматографируют в диэтиловом эфире, а затем в системе подвижных растворителей гексан: ацетон-2:1 по объему или ацетон: хлороформ – 1:2.

После подъема фронта подвижного растворителя на высоту 10 см пластинку вынимают из камеры, подсушивают на воздухе и проявляют одним из проявляющих растворов. Величина R_f эвисекта в данных условиях хроматографирования составляет 0,50 – 0,55 или 0,80(ацетон-хлороформ 1:2).

2.7. Обработка результатов анализа.

Количественное определение проводят путем сравнения площади пятен пробы с наиболее близкой к ней площадью стандартного раствора. Содержание препарата в анализируемой пробе, мг/кг; мг/л расчитывают по формуле:

$$X = \frac{A \cdot S_1}{S_2 \cdot P}$$

где: x – содержание эвисекта в пробе, мг/кг; мг/л;

A – количество стандартного раствора препарата, мкг;

S_1 – площадь пятна стандартного раствора, мм^2;

S_2 – площадь пятна пробы, мм^2;

P – вес или объем пробы, взятой для анализа, г, мл.

3. Требования безопасности

Соблюдать требования безопасности, обычно рекомендуемые для работы в химических лабораториях с органическими растворителями.

4. Настоящие методические указания разработаны кандидатом с/х наук Красных А.А., Павловой Л.Г. (Всероссийский НИИ защиты растений, пос. Рамонь, Воронежской области, ВНИИЗР).

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