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 октября 1981 г.
№ 2457-81

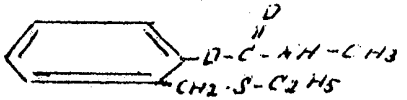
МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
по определению кронетона в воде, почве, корнеклубнеплодах и растительном материале тонкослойной хроматографией.

I. Краткая характеристика препарата

I.I. Кронетон

I.2. *N* - Метил - О - 2-(Этилтиометил) фенил карбамат

I.3. Структурная формула



Молекулярная масса 225,31

I.4. Хоко 1901; Байер 6548; Этиофенкарб

I.5. Химически чистое вещество - бесцветные кристаллы. Растворимость в воде - 1,82 г/л, в толуоле, ксилоле, пропаноле и хлористом метилене до 600 г/л. Выпускается в виде 50%-ного э.к. и 10%-ных гранул. Препарат умеренно опасен для теплокровных животных. $ЛД_{50}$ для крыс при оральном введении 608 мг/кг

2. Методика определения кронетона

2.I. Основные положения

2.I.I. Принцип метода

Метод основан на экстракции пестицида из анализируемых проб органическим растворителем, очистке экстракта соляной кислотой и хроматографии в тонком слое силикагеля или на пластинках "Силуфол".

Проявление хроматограммы осуществляется после фоторазложения препарата в течение 10-15 минут облучением УФ-светом. Затем производят опрыскивание проявляющим реагентом. В качестве подвижной фазы применили систему растворителей изооктана-ацетона в соотношении 1:1 (по объему).

Количественное определение производится путем сравнения интенсивности окраски и размера пятен пробы и стандартных растворов.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода представлена в таблице.

2.1.3. Избирательность метода.

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

2.2. Реактивы и растворы.

Хлороформ ТУ 6-09-4263-76
Ацетон, ч.д.а., ГОСТ 2603-79
Н-гексан, х.ч., МРТУ 6-09-2937-66
Изооктан, х.ч., ТУ-09-921-79
Калий иодистый, х.ч., ГОСТ 4232-74
Дифениламин, ч.д.а., МРТУ 46-09-57-62
Нитрат висмута, ч.д.а., ГОСТ 4110-75
Углерод четыреххлористый, х.ч., ГОСТ 20288-74
Соляная кислота, х.ч., ГОСТ 3118-74
Серная кислота, х.ч., ГОСТ 4204-77
Железо треххлористое, х.ч., ГОСТ 4147-74
Натрий сернокислый, безводный, х.ч., ГОСТ 4166-76
Кальций сернокислый, ч.д.а., ГОСТ 3210-77
Пластинки "Силуфол UV-254"
Силикагель "Л" (ЧССР)
Стандартный раствор кронетона в хлороформе с содержанием 100 мкг/мл.

Проявляющие реагенты:

1. Железойодидная комплексная соль по Стефану: к 3 мл 10%-ного раствора хлорида окисного железа добавляют 1 мл концентрированной соляной кислоты, 3 г йодида калия и дистиллированную воду до 10 мл. Реактив не теряет своих свойств в течение нескольких месяцев при условии хранения его в хорошо закрытых склянках из темного стекла.

2. Реактив Драгендорфа в модификации А.С. Тищенко. Растворяют 1,5 г нитрата висмута и 7,5 г йодида калия в 100 мл 2%-ной серной кислоты.
3. Свежеприготовленный насыщенный раствор дифениламина в ацетоне.

2.3. Приборы и посуда.

Водоструйный или масляный насос, ГОСТ 10696-75
Воронки химические
Делительные воронки ВД-3-500 ГОСТ 8613-75
Колбы конические со шлифами и пробками на 250 и 500 мл ГОСТ 10394-72
Колбы мерные на 100 мл ГОСТ 1770-74
Аппарат для встряхивания АВУ-1, ТУ 64-1-1031-73
Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М, ТУ-25-11-917-74
Камера для хроматографирования
Камера для опрыскивания
Микропипетки 0,1 и 0,2 мл
Пульверизатор стеклянный
Лампа кварцевая ПРК-4
Шкаф сушильный
Фильтры бумажные

2.4. Отбор проб

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

2.5. Подготовка к определению

2.5.1. Приготовление пластинок

Стеклянные пластинки размером 9 х 12 см тщательно моют 3,5 г силикагеля марки КСК 5/40 (СССР) смешивают в ступке с 1,5 г сернокислого кальция, добавляют 30 мл дистиллированной воды, хорошо перемешивают и равномерно наносят на 5 пластинок. Сушат пластинки при комнатной температуре 17-18 часов, затем в сушильном шкафу 30 минут при 130-140°С и хранят в эксикаторе над слоем осушителя.

2.6. Проведение определения

Вода. 200 мл воды помещают в делительную воронку. Кронетом экстрагируют тремя порциями хлороформа или четыреххлористым углеродом по 50 мл каждый раз в течение 5 минут. Объединенные экстракты фильтруют через слой безводного сернокислого натрия, отгоняют растворитель при температуре 40°С досуха и хроматографируют.

Картофель. 50 г чисто вымытого и измельченного картофеля помещают в колбу с притертой пробкой, заливают 75 мл изооктана, оставляют на ночь. Растворитель отфильтровывают через фильтр со слоем безводного сернокислого натрия, пробу трижды промывают изооктаном порциями по 20 мл. Объединенный экстракт переносят в колбу для отгонки растворителя, упаривают и хроматографируют.

Свекла, растительный материал и почва. Навеску (50г) измельченной свеклы или 25 г ботвы свеклы или картофеля, или 100 г почвы помещают в коническую колбу с притертой пробкой, заливают 75-100 мл хлороформа или четыреххлористого углерода и оставляют на ночь. Фильтруют экстракты через складчатый фильтр со слоем безводного сернокислого натрия. Колбу и фильтр трижды промывают по 20-25 мл растворителя. Растворитель упаривают досуха. Сухой остаток переносят в делительную воронку 50 мл 0,5 н HC , фильтруя через плотный бумажный фильтр. Затем в воронку приливают 25 мл хлороформа и встряхивают в течение 5 минут. Операцию повторяют три раза. Хлороформенные экстракты фильтруют через слой безводного сернокислого натрия, отгоняют до объема 0,2-0,3 мл и наносят на хроматографическую пластинку.

2.6.1. Условия хроматографирования

Экстракты с помощью пипетки наносят на пластинку с тонким слоем силикагеля, либо на пластинку "Силуфол", рядом наносят стандартный раствор кронетона в количестве 5-10 мкг. Хроматографируют в смеси изооктан-ацетон (1:1 по объему). После подъема фронта растворителей на 10 см , хроматографическую пластинку вынимают и проветривают в вытяжном шкафу 5-10 минут. Затем пластинку выдерживают в УФ-свете в течение 10-15 минут. После хроматограммы на стеклянных пластинках обрабатывают проявляющим реактивом № 1. На светло-желтом фоне пластинки проявляется яркое коричневое пятно кронетона с R_f = 0,56±0,06.

При опрыскивании пластинок реактивом Драгендорфа в месте локализации пестицида проявляются пятна красного цвета. Хроматограммы на пластинках "Силуфол" обрызгивают до влажного состояния свежеприготовленным насыщенным раствором дифениламина в ацетоне и подвергают опять ультрафиолетовому облучению на 10-15 минут. При наличии кронетона в анализируемой пробе проявляется пятно синего цвета, величина R_f которого равняется - 0,47 ±0,05.

2.6. Обработка результатов анализа

Количественное определение производят путем сравнения площади пятна пробы и того стандарта, площадь которого наиболее близка по величине к площади пятна пробы. Измерение площадей осуществляется с помощью промасленной миллиметровой бумаги. Пропорциональная зависимость между площадью пятна и концентрацией препарата наблюдается до 10 мкг. При большом содержании препарата на пластинку наносят часть экстракта.

Содержание препарата в анализируемой пробе рассчитывают по формуле:

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

где X - содержание пестицида в анализируемой пробе, мг/кг, мг/л;

A - содержание препарата в стандартном растворе, мкг;

S_1 - площадь пятна стандартного раствора, мм^2;

S_2 - площадь пятна пробы, мм^2;

P - вес или объем пробы, взятой на анализ в г или мл.

3. Требования безопасности.

Соблюдать все требования безопасности, рекомендованные для работы с органическими растворителями и со среднетоксичными пестицидами.

При работе с кварцевой лампой необходимо пользоваться светозащитными очками.

4. Методические указания разработаны к.с.-х.н. В.Э.Сухотровым, к.с.-х.н. Н.Г.Зелениной, Э.В.Кулинцовой (ВНИИЗР, Рамонь, Воронежской обл.)

Таблица

Метрологическая характеристика метода определения кронетона с помощью тонкослойной хроматографии. Диапазон определяемых концентраций 0,025 - 0,3 м/л или мг/кг.

Анализируемая проба	Число параллельных определений, шт.	Размах варьирования, %	Предел обнаружения, мг/л, мг/кг	Среднее значение определения, %	Стандартное отклонение, %
Вода	5	I6	0,025	90,0	6,4
Свекла	5	22	0,2	85,0	9,0
Картофель	5	20	0,2	87,0	8,4
Ботва	5	20	0,3	83,0	6,6
Почва	5	I7	0,I	84,0	6,7

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