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:

Зам. Главного Государственного санитарного врача СССР

_____ А.И.ЗАЙЧЕНКО

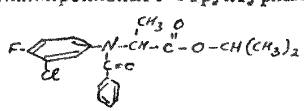
6 августа 1981г. № 2425-81

Временные методические указания по определению барнона в воде, почве и растениях методом газожидкостной хроматографии.

I. Характеристика анализируемого пестицида.

Барнон (синоним - флюфенпропил-изопропил) - послевсходовый гербицид (производство фирмы Шелл, Англия) - рекомендуется для уничтожения овсюга в посевах ячменя в дозах 0,8 - I,0 кг/га по действующему веществу.

Химическое название: изопропил-N-бензоил-N-(3-хлор-4-фторфенил)-2-аминопропионат. Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_{19}H_{19}O_3NFCl$. Молекулярная масса: 318,5. Хорошо растворим в органических растворителях. $ЛД_{50}$ для крыс и мышей более 2500 мг/кг.

2. Методика определения барнона в воде, почве и растениях.

2.I. Основные положения.

2.I.I. Принцип метода.

Методика основана на определении барнона способом газожидкостной хроматографии после экстракции гербицида из проб, очистки эк-

страктов и разделения на неподвижных фазах ХЕ-60 или SE-30. Определение проводят с использованием детектора постоянной скорости рекомбинации.

2.I.2. Метрологическая характеристика метода.

Диапазон определяемых концентраций 0,0005 - 0,008 мкг. Нижний предел детектирования - 0,0005 мкг. Чувствительность определения: вода - 0,02 мг/л; почва, солома - 0,05 мг/кг; зерно - 0,I мг/кг. Среднее значение определения стандартных растворов гербицида: вода - 87,0%; почва - 79,0%; солома - 75,8%; зерно - 6I,0%. Стандартное отклонение: 4,24% (вода); 8,I2% (почва); 5,06% (солома); 3,95% (зерно). Относительное стандартное отклонение: 0,049 (вода); 0,103 (почва); 0,066 (солома); 0,064 (зерно).

Определению барнона не мешают 2,4-Д, 2М-4Х, бентазон, ГХЦГ, альдрин, ДДТ, дилор.

2.2. Реактивы и растворы.

Ацетон (CH_3COCH_3), ГОСТ 2603-79, чда.

Гексан (C_6H_6), МРТУ 6-09-3375-78, хч.

Кислота серная (H_2SO_4), ГОСТ 4204-77, чда.

Алюминий окись (Al_2O_3), МРТУ 6-09-3916-75, ч.

Натрий сернокислый, безводный (Na_2SO_4), ГОСТ 4166-76, хч.

Неподвижные жидкие фазы: ХЕ-60 (5%) и SE-30 (5%) нанесенные на хроматон N-AW (0,I6 - 0,20 мм), УССР.

Азот газообразный, ГОСТ 9293-74, осч.

Стандартный раствор барнона в ацетоне (I мкг/мл).

2.3. Посуда и приборы.

Мельница электрическая, лабораторная.

Аппарат для встряхивания АВУ-1, ТУ 64-1-1081-73.
Испаритель ротационный ИР-1М, ТУ 25-11-917-74.

Газовый хроматограф "Цвет-106" с детектором постоянной скорости рекомбинации.

Баня песочная, ТУ 46-775-77.

Сито металлическое диаметром отверстий 1 мм.

Водоструйный насос КМ 1230, ТУ 64-1-861-72.

Воронки делительные ВД-3-500, ГОСТ 8613-75.

ВД-3-250, ГОСТ 8613-75.

Колбы Кн КШ-500-29/32 ТС, ГОСТ 10394-72.

Колбы отродонные ОКШ-50-14/23 ТС, ГОСТ 10394-72.

Стеклянные бюксы СН 34/12, ГОСТ 7148-70.

Колбы мерные ГОСТ 1770-74, 100 мл.

Микрошприцы МШ-10

2.4. Подготовка к определению.

2.4.1. Подготовка хроматографических колонок.

Стеклянные колонки моют хромовой смесью, затем водой, ацетоном и просушивают. Колонку заполняют сорбентом, используя водоструйный насос. Заполненную колонку кондиционируют (не подключая к детектору) 8 часов при 250°С (ХЕ-60) и 270°С (SE-30).

2.4.2. Отбор и подготовка проб.

Отбор проб на анализ проводят в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов" № 2051-79от 21.08.79.

Для анализа воды отбирают средний образец не менее 1 - 2 л, при необходимости фильтруют.

Средний образец почвы в количестве 1 - 2 кг сушат до воздуш-

но-сухого состояний, растирают, просеивают через сито с диаметром отверстий I мм.

Солому ячменя измельчают ножницами, зерно размалывают на лабораторной мельнице.

2.5. Проведение определения.

2.5.I. Экстракция.

Вода. I0 мл воды встряхивают в делительной воронке с гексаном 4х30 мл, каждый раз в течение 2 мин. Объеденешные экстракты осушают безводным Na_2SO_4 и упаривают досуха на ротационном испарителе при температуре 40°С.

Почва, растения. I0 г пробы заливают в колбе I00 мл ацетона и настаивают I6 - I7 часов. Экстракты сливают, остаток встряхивают с ацетоном (2 раза по 30 мл) в течение I5 минут. Объединенные экстракты осушают безводным Na_2SO_4 и упаривают досуха.

2.5.2. Очистка экстрактов.

Очистку экстрактов осуществляют методом колоночной хроматографии на окиси алюминия. Сухие остатки экстрактов из почвы и растений (а при сильной загрязненности и воды) растворяют в небольшом объеме ацетона (I - 2 мл) и количественно переносят в бюкс, в котором помещено 5 г окиси алюминия. Бюкс помещают на песочную баню, нагретую до 50 - 60°С и выдерживают до полного улетучивания ацетона (работать под тягой). Сорбент в бюксе тщательно перемешивают стеклянной палочкой и переносят в делительную воронку, в суженный конец которой помещают тампон из стеклоткани. Для элюирования барнона через колонку пропускают 300 мл смеси вода : ацетон : H_2SO_4 в соотношении 20 : 4 : I по объему. Скорость вытекания смеси - I00 - I20 капель в минуту.

После прохождения через колонку смесь встряхивают с гексаном

4 х 30 мл, каждый раз по 2 минуты. Гексановые экстракты объединяют, осушают безводным Na_2SO_4 и упаривают досуха.

2.5.3. Условия хроматографирования.

Сухие остатки растворяют в 2 мл гексана и вводят в испаритель 2 - 5 мкл.

В грушевидную колбу вносят 0,5 мкг стандартного раствора барнона, растворитель упаривают досуха, добавляют 2 мл ацетона и хроматографируют 2 - 5 мкл.

Хроматографирование проводят при следующих условиях: хроматограф "Цвет-106" с детектором постоянной скорости рекомбинации, шкала ИМТ - 10 х 10^{-12} а, скорость протяжки диаграмной ленты 1 см/мин. Колонка стеклянная, спиральная, 2000 х 3,5 мм, заполненная 5% ХЕ-60 или SE-30. Температура колонки 240°С (ХЕ-60) и 230°С (SE-30), температура испарителя и детектора в обоих случаях равна соответственно 250 и 260°С. Газ-носитель - азот особой чистоты (60 мл/мин), газ для поддува детектора - азот (осч) - 145 мл/мин. Время удерживания барнона равно 7 мин 20 сек (ХЕ-60) и 6 мин. (SE-30).

2.6. Обработка результатов анализа.

Для количественного определения измеряют высоту пиков проб и стандартных растворов. Содержание барнона в пробе рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{м_{ст} \cdot H_{пр} \cdot V_к \cdot V_{ст}}{H_{ст} \cdot V_х \cdot M},$$

где X - содержание барнона в пробе, мг/кг или мг/л;

$м_{ст}$ - содержание гербицида в стандартном растворе, мкг;

$H_{ст}$ - высота пика стандартного раствора, мм;

$H_{пр}$ - высота пика пробы, мм;

$V_к$ - объем конечного экстракта, мл

$V_{ст}$ - объем стандартного раствора препарата, введенный в хроматограф, мкл

$V_x^{пробы}$ - объем экстракта введенного в испаритель, мкл;

M - навеска пробы в г или мл.

2.7. Требования техники безопасности.

При анализе необходимо выполнять требования техники безопасности, рекомендованные для работ с органическими растворителями, кислотами и сжатыми газами.

2.8. Настоящие методические указания составлены по материалам Белорусского НИИ защиты растений (П.М. КИСЛУШКО, Л.В. ЗУБКЕВИЧ).

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