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.
№ 2469-81

Методические указания по определению в зерне и продуктах его переработки фосфорорганических пестицидов, применяемых для обеззараживания зерна и зернохранилищ, хроматографическими методами

I. Характеристика анализируемых пестицидов.

Характеристика фосфорорганических пестицидов (ФОП), применяемых для обеззараживания зерна и зернохранилищ, и гигиенические регламенты приведены в таблице I.I.

2. Методика определения в зерне и продуктах его переработки фосфорорганических пестицидов, применяемых для обеззараживания зерна и зернохранилищ, хроматографическими методами.

2.I. Основные положения.

2.I.I. Принцип метода.

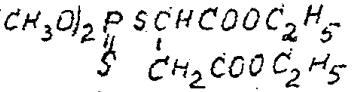
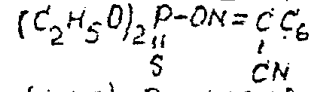
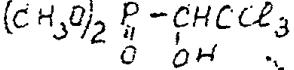
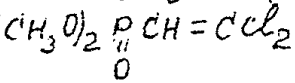
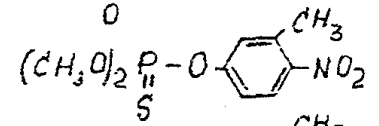
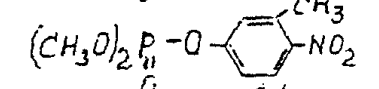
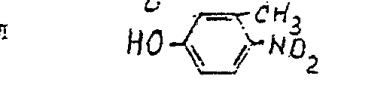
В основу методики положен систематический ход анализа ФОП (карбофоса, хлорофоса, ДДВФ, метилнитрофоса) в зерне и зернопродуктах хроматографическими методами после экстракции пестицидов из проб ацетоном.

Систематический ход анализа слагается из нескольких этапов: а/определение пестицидов в экстракте, без его очистки, хроматоэнзимным методом с использованием единой подвижной фазы - хлороформа (исключение для хлорофоса)-и различных условий активации соединений на пластинках, приведенных в таблице 2.I.I.; б/подтверждение предварительно установленного пестицида методом газожидкостной (ГЖХ) или тонкослойной (ТСХ) хроматографии с применением условий хроматографирования, специфических для этого соединения.

Схема проведения систематического хода анализа приведена на рис.2.I.I. Проведение систематического хода анализа позволяет надежно идентифицировать ФОП, рекомендованные в настоящее время для обеззараживания зерна и зернохранилищ, если эти пестициды в смеси или если аналитику не известно, какими пестицидами проводилась обработка.

Таблица I.I.

Характеристика анализируемых пестицидов

№	Пестицид	Структурная формула	Мол. масса	Т пл. °С	$T_{кип.}$ °С	Растворимость г/100г: в воде	Растворимость г/100г: в орг. раств.	$ЛД_{50}$ для крыс	ДОК, мг/кг: зерно	мука	хлеб
I.	Карбофос		330,4	2,8 – 3,7	I56 (0,7)	0,0I5	ац., сп., ДХЭ, мет	I375	3,0	I,0	
2.	Фоксим		298,3	3– 4	I02 (0,0I)	т.р.	хлф., ац., сп.	I900–2060	0,6[x]		
3.	Хлорофос		257,4	83 – 84	I20 (0,4)	I5,4	бзл. ац., хлф.	630	–		
4.	ДДВФ		220,9	–	I20 (0,I4)	I	ац., бзл. ДХЭ, мет.	80	0,3	Не допускается	
5.	Метилнитрофос (МНФ)		277,2	–	I04 (I,0)	т.р.	ац., бзл. хлф. сп.	242–433	I[x]	0,3[x]	0,I[x]
	Метаболиты МНФ:										
6.	Фенитрооксон		26I,2				ац., сп.				
7.	п-Нитрокрезол		I53,I	I29	–	т.р.	ац. сп.				

[x]/ Приведены ДСК, рекомендованные к утверждению.

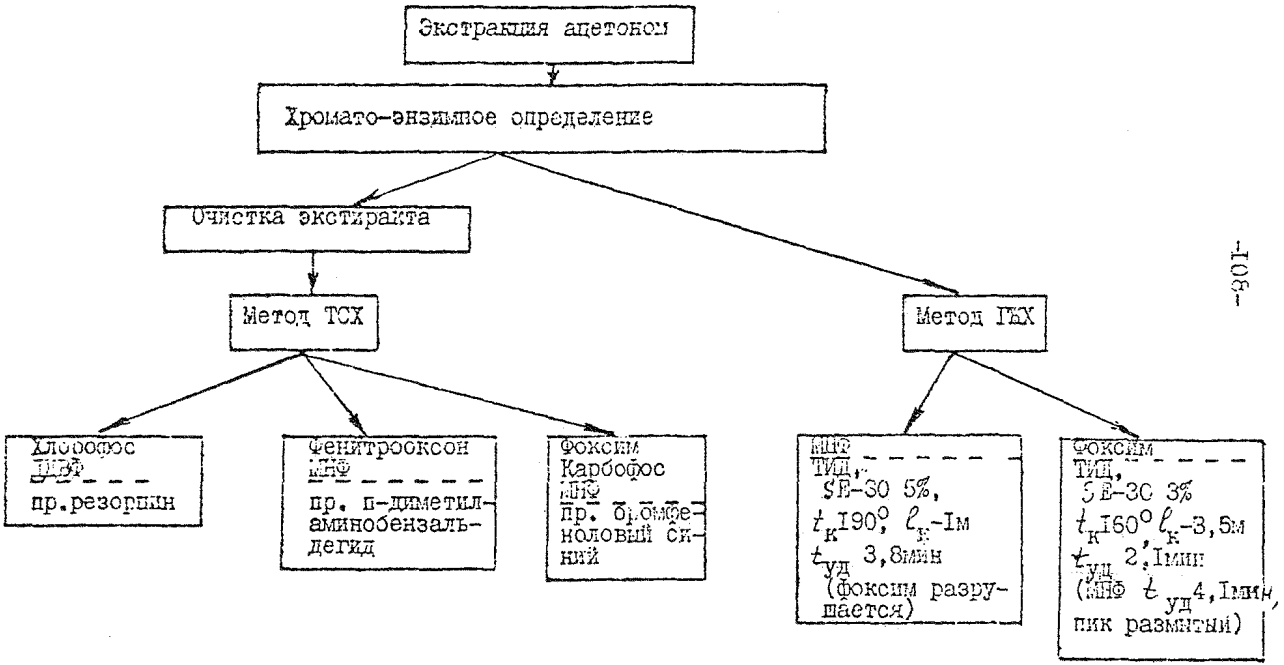
Таблица 2.I.I.

Способы активации и величины R_f исследуемых ФОП

Пестицид	Способ активации x/	Нижний предел обнаружения, мкг xx/	R_f в хлороформе	R_f в бинарной ПФ: ПФ	R_f
Хлорофос	активация аммиаком (I)	0,0I	0,0	н-гексан:ацетон I:I	0,34
ДДВФ	без активации (2)	0,0I	0,I0	н-гексан:ацетон I:I	0,56
Фенитрооксон	-"-	0,00I	0,72	н-гексан:ацетон 4:I	0,24
Карбофос	активация бромом (3)	0,00I	0,46	-	-
Метилнитрофос	-"-	0,00I	0,9I	н-гексан:ацетон 4:I	0,4I
Фоксим	-"-	0,00I	0,65	н-гексан:ацетон 9:I	0,43

x/ в скобках указан порядковый номер активации, упоминаемый при дальнейших объяснениях хода анализа.

xx/ в качестве проявляющего реагента использован раствор индоксил-ацетата



("пр." -приведен реагент для обнаружения)

Рис.2.I.I. Схема систематического хода анализа ФОП, применяемых для обеззараживания зерна и зернохранилищ.

2.I.2. Метрологическая характеристика хромато-энзимного и газохроматографического методов.

Диапазон определяемых концентраций 0,00I - I0 мкг

Предел обнаружения 0,00I мкг (0,02 мг/кг)

Размах варьирования 75 - I05%

Среднее значение определения стандартных количеств исследуемых пестицидов (хромато-энзимным методом) - 87%, (методом ГЖХ)-8I%

Доверительный интервал среднего при $p=0,95$ и $n=5$ (для хроматоэнзимного метода) 87 $\pm$ I2%, (для метода ТСХ) 8I $\pm$ 5%.

2.I.3. При предварительной идентификации хромато-энзимным методом определению карбофоса, фоксима и метилнитрофоса могут мешать Р = S фосфорорганические пестициды, имеющие близкие к ним значения R_f - фозалон, цидиал, фталофос, фенкаптон, метафос. Однако последние не применяются для обеззараживания зерна и зернохранилищ.

2.2 Реактивы и растворы

Основные стандартные растворы пестицидов (А) -карбофоса, хлорофоса, ДДВФ, фоксима, метилнитрофоса, фенитрооксона- в ацетоне, содержащие действующего вещества I00 мкг/мл

Рабочие стандартные растворы готовят разбавлением основного раствора "А":

Раствор "Б" - 0,5 мл раствора "А" доводят в мерной колбе до I00 мл ацетоном (содержание пестицида 0,5 мкг/мл)

Раствор "В" - 5 мл раствора "Б" доводят в мерной колбе до 25 мл (содержание пестицида 0,I мкг/мл).

2.2.I. Для экстракции

Ацетон х.ч. ГОСТ 2603-79

н-Гексан хч ТУ 6-09-3375-78

Диэтиловый эфир (для наркоза) Госфармакопея СССР

Натрий сернокислый безводный ГОСТ 4I66-76

Хлороформ хч ГОСТ 200I5-74

Спирт этиловый, 96% , ТУ 6-09-I7-I0-77

Фильтры бумажные (красная лента)

2.2.2. Для хромато-энзимного определения (ТСХ)

Силикагель КСК, раздробленный и просеянный через сито I00 меш

Кальций сернокислый ($CaSO_4.2H_2O$) ГОСТ 32I0-77, прокаленный в течение 6 часов при I60°С.

Бром ч. ГОСТ 4I09-74

Индоксилацетат чда ТУ 6-09-07-II56-78 или фирмы [illegible] (Чехословакия)

Калий железосинеродистый хч $K_3[Fe(CN_6)]$ ГОСТ 4206-75 – 0,05 М водный раствор (1,645 г растворяют в 100 мл воды)

Калий железистосинеродистый $K_4[Fe(CN_6)].3H_2O$ хч, ГОСТ 4207-65 – 0,05 М водный раствор (2,110 г растворяют в 100 мл воды).

Ортофосфорная кислота хч ГОСТ 6552-80

Борная кислота хч ГОСТ 9656 -75

Уксусная кислота, ледяная хч ГОСТ 18270-72

Едкий натр хч ГОСТ 4328-77

Буферный раствор pH = 8,69: готовят раствор смеси ортофосфорной (2,1 мл), уксусной (2,3 мл), борной(2,47 г) кислот и доводят дистиллированной водой до 1 л. Для получения буферной смеси с pH = 8,69 к 100 мл указанного раствора прибавляют 65 мл 0,2 Н раствора едкого натра.

Ферментный препарат получают из печени крупного рогатого скота (свежую печень, однократно замороженную и сохраняемую в дальнейшем в холодильнике, можно использовать в течение 6 месяцев). Для приготовления ферментного раствора 1 г печени растирают в ступке с 9 мл буферного раствора и фильтруют через вату. К 1 мл полученной сыворотки прибавляют 4 мл буферного раствора и используют этот раствор для опрыскивания пластинок. Используют свежеприготовленный раствор.

Проявляющий реагент: 10 мг индоксилацетата растворяют в 6 мл этанола, прибавляют 6 мл дистиллированной воды, 1 мл раствора железосинеродистого и 1 мл железистосинеродистого калия и хорошо перемешивают. Раствор готовят непосредственно перед опрыскиванием. На одну пластинку расходуется 3-4мл смеси.

2.2.3 Для хроматографии в тонком слое (ТСХ)

Силикагель КСК, раздробленный и просеянный через сито 100 меш

Кальций сернокислый, подготовленный как показано в п.2.2.2.

Крахмал водорастворимый ГОСТ 10163-76

Серебро азотнокислое чда ГОСТ 1277-75

Бромфеноловый синий индикатор (водонерастворимый) ТУ 6-09-1058-76

5%-ный водный раствор уксусной кислоты 61 - 75

Гексан чда ГОСТ 9945-62

Натрий углекислый ч ГОСТ 83-79

Цинковая пыль ГОСТ 989-62

п-Диметиламинобензальдегид чда ТУ 6-09-3272-77

Проявляющие реагенты:

Бромфеноловый синий (БФС) используют для обнаружения карбофоса, фоксима, метилнитрофоса. 0,05 г бромфенолового синего растворяют в 10 мл ацетона и доводят до 100 мл 0,5%-ным раствором азотнокислого серебра в смеси ацетона с водой 3:1. Через 10 мин после опрыскивания БФС пластинку опрыскивают 5%-ным раствором уксусной кислоты.

Щелочной раствор резорцина используют для обнаружения хлорофоса и ДДВФ. 2%-ный водный раствор резорцина перед опрыскиванием смешивают с 10%-ным водным раствором углекислого натрия в отношении 2:3.

Раствор п-диметиламинобензальдегида используют для обнаружения метилнитрофоса и фенитрооксона на пластинках с добавкой цинка. 0,25%-ный раствор п-диметиламинобензальдегида в этаноле. Раствор перед обработкой пластинок смешивают в соотношении 10:1 с ледяной уксусной кислотой.

2.2.4. Для газожидкостной хроматографии (ГЖХ)

Стационарная фаза - метилсиликоновый полимер SE-30 в количестве 5% на хроматоне N-AW-HMДС 0,16-0,20 мм и в количестве 3% на хроматоне N- AW-HMДС.

Водород ГОСТ 3022-70

Азот особой чистоты (содержание O_2 не должно превышать 0,003%) ГОСТ 9293-74

Стекловата

2.3. Приборы и посуда

2.3.1. Для экстракции

Колбы конические плоскодонные на шлифах, емкостью 250, 100 мл - ГОСТ 10394-72

Воронки химические $\varnothing$ = 60 мм ГОСТ 8613-75

Цилиндры мерные на 100,25,10 мл ГОСТ 1770-74

Пробирки мерные на шлифах емкостью 5 - 10 мл ГОСТ 1770-74

Ротационный испаритель с набором колб ИР-1М ТУ-25-11-917-76

2.3.2. Для хроматографических определений

Хроматограф марки "Цвет" с термоионным детектором ТУ 1.500.033

Баллон для азота особой чистоты

Баллон для водорода

Компрессор для нагнетания воздуха

Колонки стеклянные, длина 1 и 3,5 м, внутренний диаметр 3 мм

Микрошприц на 10 мкл МШ-10 ТУ 5Е 2.833.024

Стеклянные пластинки размером 9х12см

Камера для хроматографирования $\varnothing$ = 15 см, h = 20 см, ГОСТ 10565-75

Пульверизаторы стеклянные

Камера для опрыскивания (стеклянный колпак ⌀ = 250 мм) - СТУ30-6I92-75
Пипетки на I мл, 5 мл, I0 мл ГОСТ 20292-74 2 КЛО
Мерные колбы емкостью 25, I00 мл ГОСТ I770-74
Микропипетки на 0,I мл с ценой деления 0,0I мл ГОСТ I770-74
Термостат СШ-35
Ступка керамическая ⌀ = I0 см
Эксикатор

2.4. Подготовка к определению

2.4.I. Отбор, хранение и доставка проб.

Отбор и хранение проб производят в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб ...", утвержденными заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР А.И.Заиченко за № 205I-79 от 2I августа I979 г.

2.4.2 Приготовление пластинок для ТСХЭ и ТСХ

2.4.2.I. Пластинки с гипсом

Для приготовления I2 пластинок берут 35 г силикагеля КСК, 2 г сернокислого кальция, приготовленного как описано в п.2.2.3. и 90 мл дистиллированной воды. Силикагель с гипсом растирают в фарфоровой ступке, прибавляют воду и размешивают до образования однородной массы. I0 г суспензии наносят на пластинку и равномерно распределяют по поверхности. Сушат пластинки строго в горизонтальном положении в течение I8-20 часов при комнатной температуре, хранят в эксикаторе.

2.4.2.2. Пластинки с крахмалом.

Для приготовления I5 пластинок берут 40 г силикагеля КСК, I г крахмала и I25 мл дистиллированной воды. Крахмал заваривают в 20 мл воды, доливают остальную воду, засыпают силикагель и хорошо перемешивают. Далее поступают как описано в п.2.4.2.I.

2.4.2.3. Пластинки с добавлением цинковой пыли.

Для приготовления 7 пластинок берут I4 г силикагеля КСК,

I,5г сернокислого кальция, приготовленного как описано в п.2.2.3., I просеянной цинковой пыли, смешивают в ступке, прибавляют 40 мл дистиллированной воды, хорошо перемешивают и наносят на пластинки (~ по 6 мл).

2.5. Описание определения

2.5.I. Экстракция.

Из средней пробы зерна, муки, отрубей, измельченного хлеба массой I кг для анализа методом квартования отбирают три навески по 25 г (зерно 50 г). Пробу заливают 50 мл ацетона и оставляют на час, периодически встряхивая. Сливают растворитель через фильтр, пробу заливают новой порцией ацетона и экстрагируют еще I час. Объединяют обе порции экстракта, сушат безводным сернокислым натрием в течение I5 мин и переносят в прибор для отгонки растворителей. Упаривают растворитель до объема ~I мл под вакуумом на ротационном испарителе при температуре бани не более 45°С. Остаток из колбы переносят в мерную пробирку, фильтруя через бумажный фильтр, смоченный ацетоном. Ополаскивают колбу ацетоном, фильтруя смывы, доводят объем в пробирке до 5 мл. Проводят предварительную идентификацию хромато-энзимным методом.

2.5.2. Хромато-энзимное определение

Для хромато-энзимного определения используют пластинки, приготовленные как описано в п.2.4.2.I. С целью уменьшения краевого эффекта с хроматографической пластинки снимают с краев вдоль направления движения подвижной фазы (со стороны I2 см) слой сорбента шириной 2 - 3 мм. Затем вдоль этой же стороны пластинку разделяют полосами на 4 равные части. Экстракт пробы в объемах 2 и 20-50мкл (из общего объема 5 мл) наносят на I - ю и 3-Ю полосы трех пластинок. Затем в качестве стандарта на 2-ю и 4-ю полосы I-й пластинки наносят хлорофос в количестве 0,0I и 0,05 мкг, на вторую пластинку - фенитрооксон в количестве 0,00I-0,0I0 мкг, на третью - карбофос в количестве 0,00I и0,0I0 мкг.

Пластинки с фенитрооксоном (пластинка №2) и карбофосом (№3) хроматографируют в хлороформе, а пластинку с хлорофосом (№ I) в смеси н-гексан-ацетон I:I, т.к. R_f хлорофоса в хлороформе 0 (см. таблицу 2.I.I.). Затем пластинку № I активируют аммиаком, № 2 не активируют и № 3 активируют бромом.

2.5.2.I. Активация аммиаком.

Пластинку № I после хроматографирования и удаления раствори-

теля с пластинки опрыскивают разбавленным раствором аммиака (I часть аммиака и 4 части воды) до слабого увлажнения слоя. Экспозиция I5 мин при комнатной температуре. Затем проводится ингибирование.

2.5.2.2. *Активация бромом.*

Пластинку № 3 после хроматографирования и удаления растворителя помещают на I минуту в эксикатор, насыщенный парами брома. После удаления избытка брома с пластинки (~60 мин) проводится ингибирование.

2.5.2.3. Ингибирование.

После активации I-й и 3-й пластинок все три пластинки опрыскивают свежеприготовленным ферментным раствором и инкубируют в течение 40-60 мин в насыщенном водными парами термостате при температуре 38°С. Для увлажнения в термостат ставят чашку Петри с водой.

2.5.2.4. Проявление пластинок.

После инкубации пластинки опрыскивают раствором индоксилацетата, приготовленным как указано в п.2.2.2. Пестициды проявляются в течение I0-30 мин в виде белых пятен на светло-синем фоне. Идентификацию соединений проводят в соответствии с данными, приведенными в таблице 2.I.I, ориентируясь на величины R_f и способ активации.

2.5.2.5. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят путем сравнения площади пятна пробы с наиболее близкой к ней по величине площадью стандарта. Пропорциональная зависимость площади пятна от концентрации соблюдается для исследуемых пестицидов в пределах 0,00I-0,I00 мкг. Содержание пестицида в пробе рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{A \cdot V_1 \cdot S_2 \cdot V}{S_1 \cdot V_2 \cdot P}$$, где

X - содержание пестицида в пробе, мг/кг

A- содержание пестицида в стандарте, мкг/мл

V_1 - объем стандарта, нанесенного на пластинку , мкл

S_1 - площадь пятна стандарта, $мм^2$

S_2 - площадь пятна пробы, $мм^2$

$У_2$ – объем экстракта, нанесенного на пластинку, мкл

У – общий объем экстракта, мл

Р – масса пробы, взятой для анализа, г.

Для подтверждения структуры соединения, установленного хромато-энзимным методом дальнейшее определение проводят в соответствии со схемой, приведенной на рис.2.I.I., методом газожидкостной или тонкослойной хроматографии.

2.5.3. Газохроматографический анализ

Для подтверждения наличия в пробе фоксима и МНФ, характеризующихся близкими значениями R_f и одинаковым способом активации (см.табл.2.I.I.) используется метод ГЖХ.

В этом случае для анализа используется ацетоновый экстракт пробы (5 мл), полученный как описано в п.2.5.I.

Определение проводится на хроматографе марки "Цвет" с термоионным детектором. Рабочая шкала электрометра $2.I0^{-I0}$, скорость протяжения ленты самописца 200 мм/час, скорость газа-носителя азота 22 мл/мин.

2.5.3.I. Условия хроматографирования

Определение МНФ.

Колонка стеклянная, длина I м, внутренний диаметр 3 мм.

Носитель хромотон N-AW -HMДС с 5% SE-30.

Температура колонки $I90^{o}C$, испарителя $200^{o}C$.

При указанных условиях хроматографирования время удерживания МНФ 3,8 мин. Фоксим при этих условиях разрушается на колонке.

Определение фоксима.

Колонка стеклянная, длина 3,5 м, внутренний диаметр 3 мм.

Носитель хромотон N-AW-HMДС с 3% SE-30.

Температура колонки $I60^{o}C$, испарителя $I75^{o}C$.

При указанных условиях хроматографирования время удерживания фоксима 2,I мин. При этом пик МНФ размытый, время удерживания 4,I мин.

2.5.3.2. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят методом соотношения со стандартом по высоте пиков, расчет ведут по формуле:

$$X = \frac{A \cdot H_2 \cdot У_I \cdot У}{H_I \cdot У_2 \cdot Р}$$, где

X – содержание пестицида в пробе, мг/кг

А - количество пестицида в стандартном растворе, введенном в хроматограф, мкг/мл.

$У_I$- объем стандартного раствора пестицида, введенного в хроматограф, мкл

$Н_I$- высота пика стандартного раствора пестицида, мм

$Н_2$- высота пика пестицида в пробе, мм

$У_2$- объем пробы, введенный в хроматограф, мкл

У - общий объем экстракта после упаривания и разведения, мл

Р - масса анализируемой пробы, г.

2.5.4.Тонкослойнохроматографический анализ

Для подтверждения структуры исследуемых соединений после предварительной идентификации хромато-энзимным методом используется также метод хроматографии в тонком слое (см.рис.2.I.I.)

2.5.4.I. Очистка экстракта.

Ацетоновый экстракт (5 мл), полученный как описано в п.2.5.I. упаривают на ротационном испарителе под вакуумом при комнатной температуре досуха. Сухой остаток растворяют в 5 мл этанола и вымораживают при 0°С в течение 30 мин. Выпавшие хлопья отфильтровывают через бумажный фильтр, раствор переносят в пробирку со шлифом емкостью 5 мл, упаривают растворитель под вакуумом на ротационном испарителе (t бани 45°С) до $\sim$ 0,3 мл и проводят определение методом хроматографии в тонком слое.

2.5.4.2. Определение хлорофоса и ДДВФ

Остаток из пробирки количественно переносят на хроматографическую пластинку. Используют пластинки с тонким слоем силикагеля КСК с крахмалом, приготовленные как описано в п.2.4.2.2.. На эту же пластинку наносят стандартные растворы пестицида в количестве 4 - 20 мкг. Подвижный растворитель н-гексан:ацетон I:I; для обнаружения используют раствор резорцина. После опрыскивания пластинку помещают в сушильный шкаф при температуре I00°С на 5 - 7 мин. Хлорофос и ДДВФ проявляются в виде оранжевых пятен с R_f 0,34 и 0,56 соответственно. Нижний предел обнаружения каждого препарата I мкг.

2.5.4.3. Определение МНФ и фенитрооксона

Остаток из пробирки количественно переносят на хроматографическую пластинку. Используют пластинки с тонким слоем силикагеля КСК с гипсом и добавкой цинковой пыли, как описано в

п.2.4.2.3.На эту же пластинку наносят стандартные растворы пестицида в количестве 4 - 20 мкг. Подвижный растворитель н-гексан-ацетон 4:1; для обнаружения используют раствор п-диметиламинобензальдегида. После опрыскивания пластинку термостатируют при 100-120°С в течение 5-7 мин. Метилнитрофос и фенитрооксон проявляются в виде желтых пятен на белом фоне с R_f 0,41 и 0,24 соответственно. Нижний предел обнаружения каждого 2 мкг.

2.5.4.4. Определение карбофоса.

Остаток из пробирки количественно переносят на хроматографическую пластинку. Используют пластинки с тонким слоем силикагеля КСК с крахмалом, приготовленные как описано в п.2.4.2.2. На эту же пластинку наносят стандартные растворы пестицида 4-20мкг. Подвижная фаза хлороформ; для обнаружения используют бромфеноловый реактив. Через 10 мин после опрыскивания этим реактивом фон обесцвечивают 5%-ным раствором уксусной кислоты. Препарат проявляется в виде синих пятен на светлом фоне R_f 0,46. Нижний предел обнаружения 1 мкг. Этим же реактивом проявляются фоксим и МНФ, имеющие в указанных условиях хроматографирования R_f 0,85 и 0,91. При наличии последних их идентифицируют методом ГЖХ, как было описано в п.2.5.3.

2.5.4.5. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят путем сравнения проб со стандартами. При концентрациях 1 - 2о мкг для исследуемых пестицидов наблюдается пропорциональная зависимость концентрации от площади пятна. При большем содержании пестицидов берут аликвотную часть пробы. Содержание каждого вещества в пробе рассчитывают по формуле:

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

X- содержание пестицида в пробе, мг/кг
A - содержание пестицида в стандарте, мкг
S_1- площадь пятна стандарта, мм^2
S_2- площадь пятна пробы, мм^2
P - масса пробы, взятая для анализа, г.

2.6 Обработка результатов анализа приведена в 2.5.2.5., 2.5.3.3., 2.5.4.5.

3 . Требования безопасности

Соблюдаются требования безопасности, рекомендуемые для работы с химическими реактивами.

4 . Методические указания разработаны во ВНИИ гигиены и токсикологии пестицидов, полимерных и пластических масс, г.Киев. Авторы: Письменная М.В., Клисенко М.А.

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