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

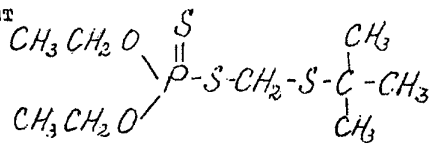
"30"марта 1981 г

№ 2370-81

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ КАУНТЕРА В РАСТЕНИЯХ САХАРНОЙ СВЕКЛЫ И ПОЧВЕ МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ.

I.Характеристика анализируемого пестицида.

Каунтер - *S* [[/ I,I-диметилэтил / тио] метил] 0,0-диэтил дитиофосфат



М.м. 288,43

Эмпирическая формула $C_9H_{21}O_2S_3P$.

Синонимы: тербуфос, АС 92100, С*Л* 92100, *ENS* 27920.

Химически чистый препарат- бесцветная маслянистая жидкость со слабым неприятным запахом с температурой плавления 29,2°С; с точкой кипения 69°С при 0,01 мм рт. ст.

Давление пара $2,6.10^{-4}$ мм рт.ст. при 26°С; $1,0.10^{-3}$мм рт.ст. при 42°С; $2,4.10^{-2}$ мм рт.ст. при 76°С.

Трудно растворим в воде / 0,001% /, растворим в ацетоне, ароматических углеводородах, хлорированных углеводородах, спиртах.

Каунтер / гранулированный 2-10% препарат / -фосфорорганический инсектицид , эффективен против многих вредителей сельскохозяйственных культур. Применяется путем внесения в почву.

2. Методика определения каунтера в растениях сахарной свеклы и почве методом тонкослойной хроматографии.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Предлагаемый метод основан на извлечении каунтера из исследуемой пробы хлороформом с последующим хроматографированием в тонком слое силикагеля. Подвижной фазой является смесь н-гексана с ацетоном в соотношении 10:1.

Для обнаружения каунтера пластинку опрыскивают растворами азотнокислого серебра и бромфенолового синего, фон обесцвечивают лимонной кислотой.

Количественное определение проводят путем сравнения интенсивности окраски и площади пятен проб и стандартных растворов на одной пластинке.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода.

Диапазон определяемых концентраций 5-70 мкг.
Нижний предел обнаружения 5 мкг в анализируемой пробе или 0,05 мг/кг.
Среднее значение определения при n = 5 равно 80 процентов.
Доверительный интервал при ρ = 0,95 равен 80$\pm$ 8,3%.

2.2. Реактивы и растворы.

Хлороформ , х.ч., ГОСТ 20015-74
Ацетон, х.ч., ГОСТ 2603-79
н-Гексан, ч., ТУ-6-09-3375-78.
Натрий сернокислый, безводный, ч.д.а., ГОСТ 4166-76.
Бромфеноловый синий инд., ч.д.а., ТУ-6-09-1058-76.

Азотнокислое серебро, ч.д.а.,ГОСТ 1277-75.

Этиловый спирт, ТУ-6-09-1710-77.

Гипс медицинский, ОСТ- 21-8-74.

Окись алюминия для хроматографии, ТУ-6-09-3916-75, нейтральная, II степени активности.

Силикагель марки КСК для хроматографии, ТУ-6-09-2528-72.Силикагель измельчают, просеивают через сито 100 меш. Хранят без доступа влаги.

Кислота лимонная, ГОСТ 908-79, 2,5%-ный раствор.

Стандартный раствор каунтера / 1 мг/мл /. № 1 - 0,025 г препарата / 99% / растворяют в ацетоне в мерной колбе на 25 мл. Срок хранения 1 месяц.

Стандартный раствор каунтера / 0,1 мг/мл / № 2 готовят разбавлением ацетоном раствора № 1 в 10 раз.

Проявляющие реагенты:

№ 1. 0,05%-ный раствор бромфенолового синего в 50%-ном этаноле./ 250 мг бромфенолового синего растворить в 500 мл 50%-ного этанола /.

№ 2. 1%-ный водный раствор азотнокислого серебра / 5 г азотнокислого серебра растворяют в дистиллированной воде и раствор разбавляют до 500 мл /.

Перед проявлением смешивают равные объемы / по 5 мл / проявляющих реактивов № 1 и № 2. Этой смесью опрыскивают пластинки.

Реактивы № 1 и № 2 хранят в склянках из темного стекла с притертыми пробками для предохранения от действия света.

Подвижный растворитель: смесь н-гексана и ацетона в соотношении 10:1.

2.3. Приборы и посуда.

Аппарат для встряхивания.

Колбы круглодонные.

Холодильник стеклянный для отгонки растворителя.

Баня водяная.

Воронки химические, ГОСТ 8618-64.

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74.

Пульверизатор стеклянный.

Камера для хроматографирования / эксикатор/, ГОСТ 1065-68.

Капиллярные пипетки для нанесения проб.

Микрошприц.

Стеклянные пластинки размером 9 х 12 и 18 х 18 см.

2.4. Подготовка к определению.

2.4.1. Приготовление пластинок.

Стеклянную пластинку тщательно моют содой, хромовой смесью и дистиллированной водой. Высушенную пластинку покрывают сорбционной массой / 4 г силикагеля, 4 г окиси алюминия смешивают с 0,8 г гипса, прибавляют 20 мл дистиллированной воды и тщательно размешивают в стеклянном стаканчике в течение 10-15 мин. до однородной массы /, сушат на воздухе 30 мин., а затем 1 час в сушильном шкафу при температуре 100°С или 18-20 часов при комнатной температуре. Этой массы достаточно для приготовления 4-х пластинок размером 9х12 см или 2-х пластинок размером 18х18 см.

2.4.2. Отбор проб.

Пробы для анализа отбираются согласно унифицированным правилам отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов, утвержденным Зам.Главного государственного санитарного врача СССР за № 2051-79, 21.08.1979г.

2.5. Проведение определения.

2.5.I. Экстракция.

Навеску почвы / I00 г / или измельченных листьев , или измельченных корней сахарной свеклы / 50 г / помещают в коническую колбу, заливают хлороформом до полного покрытия пробы. Экстрагируют час на аппарате для встряхивания. Пробы трижды промывают хлороформом, экстракты объединяют , фильтруют через слой безводного сернокислого натрия / весь объем I50-200 мл /. На водяной бане отгоняют до объема 0,I-0,5 мл и остаток наносят на пластинку размером 9xI2 см в одну точку / диаметр пятна не должен превышать I см/ на расстоянии I,5 см от нижнего края пластинки. На ту же пластинку наносят стандартный раствор каунтера в диапазоне ожидаемых концентраций.

2.5.2. Хроматографирование и проявление.

Пластинку под углом 60^0 к основанию с нанесенной пробой и стандартными растворами помещают в хроматографическую камеру при комнатной температуре. В качестве камеры используют эксикатор, на дно которого ставят кристаллизатор с подвижным растворителем- смесь н-гексана и ацетона в соотношении I0:I.

Поопе того,как жидкость поднимется на высоту I0 см, пластинку вынимают из камеры и оставляют на несколько минут на воздухе для испарения растворителя.

Поопе этого пластинку опрыскивают проявляющим раствором / проявляющий реактив № I и № 2 в соотношении I:I /,а затем раствором лимонной кислоты/ для обесцвечивания фона. При наличии каунтера в исследуемой пробе на пластинке проявляется сине-фиолетовое пятно / R_f = 0,7 /.

При анализе ботвы сахарной свеклы, отобранной в более поздних фазах вегетации каунтер определяется с использованием двухмерной хроматографии.

После отгона растворителя на водяной бане, остаток /0,1-0,5 мл / наносят на пластинку 18 х 18 см полоской длиной 5 см и шириной 1 см на расстоянии 1,5 см от нижнего края / нижняя сторона пластинки 13 см / и 2 см от левого края пластинки.

Хроматографирование проводят в подвижном растворителе смеси н-гексана и ацетона / 10:1 /. Дают растворителю продвинуться на высоту 12-14 см, затем пластинку высушивают на воздухе. Далее ее поворачивают на 90^0так, чтобы левый край пластинки служил основанием. С левой стороны пластинки наносят стандарт каунтера / в диапазоне ожидаемых концентраций / и хроматографируют в том же подвижном растворителе.

После проявления пластинок / теми же реактивами, что и в предыдущем случае / получаем пятна с R_f = 0,7.

2.6. Обработка результатов анализа.

Количественная оценка проводится путем сравнения интенсивности окраски и площадей пятен пробы и стандартов.

Содержание каунтера / мг/кг / вычисляют по формуле:

$$X = \frac{A}{P}$$, где

X- содержание препарата в пробе, мг/кг;

A- количество препарата, найденное путем сравнения пятна пробы с пятнами стандартных растворов, мг;

P- масса исследуемой пробы, кг.

8. Методика разработана в Украинском научно-исследовательском институте защиты растений г.Киева кандидатом химических наук Кавецким Владимиром Николаевичем, старшим инженером химиком Лесовой Валентиной Александровной.

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