ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ
ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ,
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

Часть 17-я

Данные методики апробированы и рекомендованы в качестве официальных Группой экспертов при Госкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками

Москва — 1988

gost.e-ecolog.ru

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ
ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ, БОЛЕЗНЯМИ
РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ
В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

Часть 17-я

Данные методики апробированы и рекомендованы в качестве официальных Группой экспертов при Госкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками

Москва - 1988г.

Настоящие методические указания предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и научно-исследовательских учреждений Минздрава СССР, а также ветеринарных, агрохимических, контрольно-токсикологических лабораторий Агропрома 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 Госагропрома СССР

Методические указания согласованы и одобрены отделом перспективного планирования санэпидслужбы ИМШиТМ им.Марциновского Е.И. и Лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

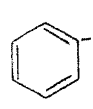
Л.Г.Александрова, Д.Б.Гиренко, А.А.Калинина (зам.председатель), М.А.Клисенко (председатель), Г.И.Короткова, М.В.Письменная, Г.А.Хохолькова, В.Е.Кривенчук.

"УТВЕРЖДАЮ"
Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР
А.И.ЗАИЧЕНКО
"2I" ноября I985 г.
№4037-85

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ АРИЛОНА ПО БЕНЗОЛСУЛЬФОНАМИДУ В ЗЕРНАХ ХЛОПКА, ПОЧВЕ И ВОДЕ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИЕЙ

I. Краткая характеристика препарата.

Арилон (хлорайн „Б") кристаллогидрат натриевой соли бензолсульфонамида. Арилон показал хорошие результаты в качестве антисептика на хлопке.



$C_6H_{11}O_5NClSNa$

Мол.масса 267,66

Арилон хорошо растворим в воде и водных растворах щелочей. При нагревании выше I50°С разлагается с выделением газообразных продуктов разложения (HCI, CI). В водных и кислых растворах нестабилен, в течение нескольких минут разлагается до бензолсульфонамида.

МДУ арилона в хлопке еще не установлен.

2. Методика определения арилона в зернах хлопка, почве и воде тонкослойной хроматографией.

2.I. Основные положения

2.I.I. Принцип метода

Метод основан на извлечении арилона в виде бензолсульфомида (БСА) из анализируемого объекта этилацетатом, перераспре-

делении в солянокислый раствор, а затем, после подщелачивания - в этилацетат и определении тонкослойной хроматографией.

2.I. Метрологическая характеристика метода

Диапазон измеряемых концентраций 0,I-0,5 мкг в хроматографируемой пробе по БСА.

Предел обнаружения	арилона	БСА
в хлопке	0,35 мг/кг	0,2 мг/кг
в почве	0,I мг/кг	0,07 мг/кг
в воде	0,003 мг/л	0,002 мг/л

Дальнейшая метрологическая характеристика метода представлена в таблице I.

Таблица I

Метрологическая характеристика метода

Объект	Среднее значение определения стандартных количеств C при n=I5 %	Стандартное отклонение при n=I5 S %	Доверительный интервал среднего определения при p=0,95, n=5 %	Размах варьирования R %
Хлопок	85,7	± II,2	85,7±I3,8	70-I00
Почва	92,7	± 7,0	92,7±8,6	80-I00
Вода	86,7	± 9,7	86,7±I2,I	70-I00

2.I.3. Избирательность метода

Метод селективен. Другие пестициды, применяемые на хлопчатнике, в том числе хлорорганические и фосфорорганические определению не мешают.

2.2. Реактивы и растворы

Ацетон, осч, ГОСТ 2603-79, свежеперегнанный.

Этилацетат, хч, ГОСТ 22300-76, свежеперегнанный.

Этиловый спирт, 96%-ный, ТУ 6-09-1710-77.

Бензол, чда, ГОСТ 5955-75.

Хлороформ, хч, ГОСТ 20015-74.

Гексан, хч, ТУ 6-09-3375-78.

Na_2SO_4, хч, ГОСТ 4166-76, безводный.

$KMnO_4$, хч, ГОСТ 4220-75.

о-Толидин, ч, ТУ 6-09-2992-73.

К I, иодистый кали, хч, ГОСТ 4232-74.

Соляная кислота, фиксанал, осч, ГОСТ 14261-77, 0,1н, 10%-ный.

КОН, едкое кали, техн., ГОСТ 9285-78.

Уксусная кислота, осч, ГОСТ 18270-72, ледяная.

Проявляющий реагент I. Растворяют 0,16 г о-толидина в 30 мл Уксусной кислоты, доводят до 500 мл водой и прибавляют I г К I. Раствор хранить в темном месте.

Хлорирующая смесь. Смешивают равные объемы 1,5%-ного раствора $KMnO_4$ и 10%-ного раствора HCl в чашечке Петри. Смесь в чашке Петри помещают на дно хлорирующей камеры с притертой крышкой. Для этой цели обычно достаточно 10-12 мл хлорирующей смеси.

Проявляющий реагент 2. Смешивают 50 мл 1%-ного водного раствора К I с 50 мл 3%-ного водного свежеприготовленного, доведенного до кипения крахмала и 20 мл этилового спирта. При хранении на холоде раствор стабилен в течение нескольких дней.

Стандартные растворы бензолсульфонамида в ацетоне с содержанием 100 и 10 мкг/мл. Раствор I с содержанием 100 мкг/мл готовят растворением 10 мг бензолсульфонамида, помещенного в мерную колбу на 100 мл

в ацетоне. Для приготовления раствора 2 с содержанием 10 мкг/мл, из раствора 1 пипеткой отбирают в мерную колбу на 100 мл 10 мл и доводят до метки ацетоном. Растворы 1 и 2 стабильны при хранении в холодильнике в течение одного месяца.

2.3. Приборы, аппаратура и посуда

Камера хроматографическая, ГОСТ 10565-75 или аналогичная.

Аппарат для встряхивания.

Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М, ТУ 25-11-917-76 с набором колб или аналогичный.

Делительные воронки, ГОСТ 8613-75, на 250 и 1500 мл.

Стеклянные пульверизаторы, ГОСТ 10391-74.

Мерные колбы, ГОСТ 1770-74, на 100 мл.

Пипетки, ГОСТ 20292-77, на 10, 15 и 2 мл.

Кофейная мельница.

Пробирки с пробками на шлифах, ГОСТ 10515-75, на 10 мл.

Круглодонные колбы, ГОСТ 9737-70, на 100 и 250 мл.

Плоскодонные колбы, ГОСТ 9737-70, на 100, 500 мл.

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74, на 100 мл.

Камера хлорирующая с пришлифованной крышкой.

Чашечки Петри, ГОСТ 19908-74.

Микрошприц на 100 мкл.

Пластинки силуфол, 150х150 см, производство ЧССР.

2.4. Подготовка к определению

Хроматографические камеры за один час до начала хроматографирования заполняют смесью подвижных растворителей гексан:этилацетат (1:1) или бензол:ацетон (7:3). Объем подвижного растворителя в камере должен по высоте находиться не выше, чем 0,7-1 см от уровня дна камеры.

2.5. Отбор проб

Отбор проб проводят в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектах окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов", утвержденными Минздравом СССР 21 августа 1979 г, № 2051-79.

2.6. Подготовка проб к анализу

Зерна хлопка измельчают на кофейной мельнице до консистенции муки грубого помола. Для определения берут 3-5 проб массой по 10 г. Почву просеивают, отбирают средние пробы массой по 15 г. Перед анализом почву увлажняют 2 мл воды.

2.7. Проведение определения

Хлопок, почва. Навеску анализируемого образца помещают в плоскодонную колбу на 500 мл, заливают 75 мл перегнанного этилацетата и экстрагируют БСА на механическом встряхивателе в течение 30 мин. Экстракт фильтруют через бумажный фильтр в круглодонную колбу на 250 мл. Экстракцию повторяют еще два раза, используя каждый раз по 50 мл этилацетата. Объединенный этилацетатный экстракт концентрируют с помощью ротационного вакуумного испарителя до объема около 2 мл, а почвенный экстракт досуха. К остатку в колбе приливают 15 мл 0,1 н HCl в экстракт из хлопка и 30 мл 0,1 н HCl – в почвенный экстракт. Полученный раствор фильтруют через бумажный фильтр в делительную воронку на 250 мл. Стенки колбы тщательно обмывают 0,1 н HCl порциями по 15 и 30 мл. Полученные растворы также фильтруют в делительную воронку. В результате жир из хлопкового экстракта остается на бумажном фильтре. Если делительная воронка все-таки испачкалась жиром, солянокислотный экстракт переносят в другую

воронку, при этом жир остается на стенках первой колонки. Далее к экстракту добавляют I,25 мл 4 н КОН до pH= I0. БСА извлекают экстракцией этилацетатом, порциями по 30 мл три раза. Экстракт сушат над безводным сульфатом натрия (I5–20 г), фильтруют и концентрируют с помощью ротационного вакуумного испарителя досуха.

К сухому остатку от хлопка пипеткой приливают I мл этилацетата, а к почвенному экстракту – 0,5 мл ацетона. Колбу закрывают пробкой и тщательно обмывают стенки колбы растворителем. Для хроматографирования отбирают аликвоты в I00 мкл .

Вода. К I л воды, помещенной в делительную воронку емкостью I,5 л приливают I мл 4 н КОН и экстрагируют БСА этилацетатом, насыщенным водой, порциями по I50 мл и два раза по I00 мл. Этилацетатный экстракт концентрируют с помощью ротационного вакуумного испарителя досуха. Остаток с помощью 0,I н HCI (30 мл х 3) переносят в делительную воронку на 500 мл, в воронку добавляют I,25 мл 4 н КОН и трижды экстрагируют БСА этилацетатом порциями по 30 мл. Этилацетатный экстракт сушат над безводным сульфатом натрия, а затем порциями концентрируют с помощью ротационного вакуумного испарителя до объема около 2 мл. Последнюю порцию концентрируют досуха. К сухому остатку пипеткой приливают I мл ацетона, колбу закрывают пробкой на шлифа и ее стенки тщательно обмывают растворителем. Для ТСХ отбирают аликвоту в I00 мкл.

На пластинку наносят микрошприцем I00 мкл полученного раствора. Справа и слева от рабочей пробы на пластинку микрошприцем наносят серию стандартных растворов 2 в количестве I0, 20, 30 ... 50 мкл, что соответствует 0,I; 0,2; 0,3; ....0,5 мкг БСА. Хроматограмму развивают в смеси этилацетата с гексаном (I:I) или бензола с

ацетоном (7:3). После развития хроматограммы пластинку во влажном состоянии помещают в камеру с хлорирующей смесью на 2-3 мин, затем пластинку вынимают из камеры, помещают ее под тягу и дают возможность избытку хлора испариться, после чего обрабатывают пластинку из пульверизатора о-толидиновым реагентом. Бензолсульфонамид проявляется на пластинках в виде сиреневых пятен на белом фоне с R_f 0,45±0,03 в первой системе подвижных растворителей и с R_f 0,50±0,03 - во второй. Линейный диапазон определения 0,1-0,5 мкг БСА. Пятна стабильны в течение длительного времени.

Хроматограмму можно проявлять также проявляющим реагентом 2. В этом случае БСА проявляется на пластинках в виде голубых пятен на белом фоне с нижним пределом определения 0,1-0,2 мкг.

2.6. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят путем сравнения площади и интенсивности окраски пятен рабочей пробы и серии стандартов.

Содержание арилона в анализируемой пробе X в мг/кг вычисляют по формуле:

$$X = \frac{C \cdot V \cdot K}{V_a \cdot P}$$, где

C - количество бензолсульфонамида, найденное на пластинке методом соотношения со стандартом, мкг;

V - общий объем раствора, мл;

V_a - объем аликвоты, взятой для хроматографирования, мл;

P - навеска анализируемой пробы в г;

K - коэффициент пересчета БСА на арилон, равен 1,71.

3. Требования безопасности

Соблюдать требования безопасности, принятые для работы с легковоспламеняющимися жидкостями, кислотами и щелочами.

4. Разработчики

Методические указания разработаны во ВНИИ химических средств защиты растений с опытным заводом., г.Москва, Л.И.Лещинской, К.Ф.Новиковой.

5. Апробаторы

1. НПО "Эфирмасло", Ю.С.Баранов.
2. ВИЭВ, В.Н.Полякова.

ОГЛАВЛЕНИЕ

стр.

Фосфорорганические пестициды

I. Временные методические указания по определению актеллика и базудина в чае с помощью тонкослойной и газожидкостной хроматографии
22 мая 1985 г. №3888-85 3

2. Временные методические указания по определению актеллика в биологическом материале хроматографическими методами (дополнение к №2085-79)
2I ноября 1985 г. №4038-85 II

3. Методические указания по определению дифоса (абата) в продуктах растениеводства методом тонкослойной хроматографии (дополнение к №1350-75 от 22.09.75 г.)
22 мая 1985 г. №3886-85 I9

4. Методические указания по определению примицида в растительном материале и в почве с помощью тонкослойной и газожидкостной хроматографии
2I ноября 1985 г. №4028-85 24

5. Методические указания по определению сульфидофоса в мясе, молоке и кормах методом тонкослойной хроматографии
3 января 1985 г. №3198-85 33

6. Методические указания по определению остаточных количеств хлорофоса в картофеле хроматоэнзимным методом (дополнение к №3185-85 от 03.01.85 г.)
22.05.85 г. №3895-85 39

стр.

Хлорорганические пестициды

7. Временные методические указания по определению блазера в воде, почве, сое и зеленых листьях методом хроматографии в тонком слое
27 ноября 1984 г. №3156-84 43

8. Временные методические указания по определению дилора в меде методом тонкослойной хроматографии
22 мая 1985 г. №3884-85 51

9. Временные методические указания по хроматографическому определению ДД в воде
22 мая 1985 г. №3876-85 57

10. Временные методические указания по определению иодауна в воде и почве газожидкостной хроматографией
21 ноября 1985 г. №4030-85 60

11. Методические указания по определению тиодана и продуктов его превращения в воде хроматографическими методами
21 ноября 1985 г. №4035-85 64

12. Временные методические указания по определению триаллата методом газожидкостной хроматографии в воде, почве и зерне пшеницы
21 ноября 1985 г. №4032-85 73

13. Временные методические указания по определению методами ГЖХ и ТСХ аналога ювенильного гормона п-хлорфенилового эфира гераниола в зерне пшеницы, почве, воде и зеленых листьях
12 апреля 1985 г. №3254-85 81

стр.

I4. Временные методическиему указания по определению остаточных количеств фозилада в свекле методом газожидкостной хроматографии

22 мая I985 г. №3875-85 88

I5. Временные методические указания по определению регулятора роста растений ЭБФ-5 в воде, растительном материале методом ТСХ

2I ноября I985 г. №403I-85 93

I6. Методические указания по определению остаточных количеств хлорорганических пестицидов и продуктов их разложения (α-изомера ГХЦГ, γ-изомера ГХЦГ, гептахлора, альдрина, кельтана, ДДЭ, ДДД, ДДТ) в воде хроматографическими методами при совместном присутствии I июля I986 г. №4I20-86 99

Азотсодержащие пестициды

I7. Временные методические указания по определению ацетала в воде, почве, картофеле, зерне и зеленой массе кукурузы и сои методами ГЖХ и ТСХ

2I ноября I985 г. №4029-85 II3

I8. Методические указания по определению дифенамида в воде в воде методом тонкослойной хроматографии

2I ноября I985 г. №4033-85 I23

I9. Методические указания по определению карахола и его метаболита бензоилпропкислоты в почве методом газожидкостной хроматографии

3I июля I984 г. №3072-84 I27

стр.

20. Временные методические указания по определению лентаграна в растительной продукции, почве и воде ТСХ
12.04.85 г. №3253-85 136

21. Методические указания по определению монурона и диурона в чае методом газожидкостной хроматографии 3 января 1985 г. №3187-85 142

22. Временные методические указания по определению набу в воде, почве, капусте, сое и зеленых листьях методом хроматографии в тонком слое 22 мая 1985 г. №3880-85 148

23. Временные методические указания по определению раундапа в воде методом ТСХ (дополнение к №2434-81)
21 ноября 1985 г. №4034-85 156

24. Временные методические указания по определению соналена в воде, почве и зеленой массе сои хроматографическими методами
3 января 1985 г. №3200-85 162

25. Временные методические указания по определению соналена в маслах подсолнечника, репса и клещевины ТСХ 22 мая 1985 г. №3894-85 167

26. Временные методические указания по определению стомпа методом ТСХ в табаке
12 апреля 1985 г. №3252-85 171

27. Методические указания по определению тилта в растениях, почве, воде методом газожидкост-

ной хроматографии
3 января 1985 г. № 3190-85 179

28. Методические указания по определению триадимефона (байлетона) методом ТСХ в воде
22 мая 1985 г. № 3892-85 184

29. Методические указания по определению фенмедифама и десмедифама в воде природных водоемов ТСХ
21 ноября 1985 г. № 4036-85 189

Прочие пестициды

30. Временные методические указания по определению остаточных количеств арилона по бензолсульфонамиду в зернах хлопка, почве и воде тонкослойной хроматографией
21 ноября 1985г. № 4037-85 196

31. Методические указания по определению гидразида малеиновой кислоты в табаке колориметрическим методом
12 апреля 1985г. №3251-85 204

32. Методические указания по определению диметилсульфоксида и его метаболита диметилсульфона методом газожидкостной хроматографии в сахарной свекле, картофеле и зеленой массе
28 мая 1986 г. № 4119-86 211

33. Временные методические указания по определению остаточных количеств препарата 320-К в зерне и воде тонкослойной хроматографией
22 мая 1985 г. № 3890-85 217

34. Временные методические указания по определению ДРХ-4189 (ГЛИН) в воде, почве, растительном материале методом газожидкостной хроматографии
22 мая 1985г. № 3885-85 225

стр.

Методические указания по определению пестицидов в воздухе

35. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций ацетала и его продукта II-хлорметил-2-метил-6-этилхлорацетанилида в воздухе рабочей зоны 21 ноября 1985 г. №4027-85 230

36. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций препаративной формы АМГ-80А-84 в воздухе рабочей зоны 21 ноября 1985 г. №4025-85 235

37. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций смеси геранилгексаноата и геранилоктаноата в воздухе рабочей зоны 21 ноября 1985 г. №4024-85 239

38. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентрации геранилизовалерата в воздухе рабочей зоны 21 ноября 1985 г. №4026-85 243

39. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 2,4-Д в воздухе рабочей зоны I июля 1986 г. №4122-86 247

40. Временные методические указания по определению дактала в воздухе рабочей зоны газохроматографическим методом 22 мая 1985 г. №3882-85 254

41. Методические указания по хроматографическому измерению концентрации диметилсульфата в воздухе рабочей зоны 21 ноября 1985 г. №4021-85 260

стр.

42. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций дозанекса, 3-хлор-4-метоксианилида, 3-хлор-4-метоксинитробензола в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4017-85 266

43. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций ивина в воздухе рабочей зоны
I июля 1986 г. №4127-86 275

44. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций ленацила в воздухе рабочей зоны
I июля 1986 г. №4125-86 279

45. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций линурона в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4020-85 284

46. Временные методические указания по хроматографическому и газохроматографическому измерению концентраций лонтрела в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4016-85 288

47. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций метоксихлора, анизола и хлорала в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4022-85 298

48. Временные методические указания по фотометрическому и хроматографическому измерению концентраций инкала в воздухе рабочей зоны
22 мая 1985 г. №3881-85 307

стр.

49. Временные методические указания по измерению концентрации в воздухе рабочей зоны хроматографическими методами
22 мая 1985 г. №3887-85 315

50. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации пентахлорнитробензола в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4041-85 322

51. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентрации ресина в воздухе рабочей зоны
1 июля 1986 г. №4126-86 327

52. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентрации ромунида в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4018-85 331

53. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций триадимефона (байлетона) в воздухе рабочей зоны
22 мая 1985 г. №3893-85 335

54. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций хостаквика в воздухе рабочей зоны 1 июля 1986 г. №4124-86 340

55. Методические указания по хроматографическому измерению концентрации фозалона и полупродуктов его производства бензоксазолона и 3-оксиметил-6-хлорбензоксазолона в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4019-85 345

Стр.

56. Временные методические указания по фотометрическому измерению концентрации препарата **ЭБФ-5** в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. № 4023-85 350

57. Методические указания по определению **лепидоцида** на обработанных им растениях иммунофлюоресцентным методом
22 мая 1985 г. № 3891—85 355

Л-39603 от 12.02.88. Зак. 1327. Тир. 2000 экз. Объем 23 п. л.
[illegible]×84/16 Ротапринт

gost.e-ecolog.ru

Москва. Типография ВАСХНИЛ