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.

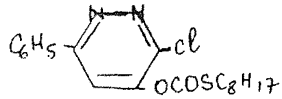
"УТВЕРЖДАЮ"
Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР
А.И.ЗАИЧЕНКО
"12" апреля 1985 г.
№3253-85

# ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ЛЕНТАГРАНА ПРОДУКЦИИ, ПОЧВЕ И ВОДЕ ХРОМАТОГРАФИЕЙ В ТОНКОМ СЛОЕ

I.I. Лентагран

I.2. *S*-Октил-О-(6-хлоро-3-фенилпиридазинил-4)тиокарбонат

I.3. Структурная формула




$C_{19}H_{23}ClN_2O_2$
Мол.масса 378,9

I.4. Пиридат, СЛ II344

I.5. Химически чистое соединение - белое кристаллическое вещество с температурой плавления 27°С. Растворимость в воде 90 мг/л. Хорошо растворяется в большинстве органических растворителей.

Препарат малотоксичен для теплокровных животных. $ЛД_{50}$ для крыс 2000 мг/кг.

Выпускается в форме смачивающихся порошков, содержащих различные количества действующего вещества.

2. Методика определения лентаграна

2.I. Основные положения

2.I.I. Принцип метода

Метод основан на извлечении лентаграна из растительных проб, почвы и воды органическим растворителем (ацетон, н-гексан), очистке экстрактов путем перераспределения между двумя несмешивающимися жидкостями. Количественное определение проводят хроматографией в тонком слое.

2.I.2. Метрологическая характеристика метода

| | |
|---|---|
| Минимально детектируемое количество | I-2 мкг |
| Нижний предел определения | |
| P - размах варьирования, % | |
| в растениях | 70,0-90,0 |
| в почве | 80,0-95,0 |
| в воде | 8I,0-I00 |
| $\bar{C}$ - среднее значение определения, % | |
| в растениях | 78,6 |
| в почве | 87,5 |
| в воде | 89,5 |
| $S$ - стандартное отклонение | |
| в растениях | ±9,0 |
| в почве | ±8,7 |
| в воде | ±7,9 |
| Доверительный интервал среднего при $\alpha$=0,95 и $n$=5% | |
| для растений | $78,6^{\pm 9,0}$ |
| для почвы | $87,5^{\pm 8,7}$ |
| для воды | $89,5^{\pm 7,9}$ |

2.1.3. Избирательность метода

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

2.2. Реактивы и растворы

Ацетон, х.ч., ГОСТ 2603-79

Аммиак, ч.д.а., ГОСТ 3760-79

Ацетонитрил, ч., ТУ 6-09-3534-74

Висмут азотнокислый, ч.д.а., ГОСТ 4110-75

Калий иодистый, х.ч., ГОСТ 4232-74

н-Гексан, ТУ 6-09-3375-78

Натрий сернокислый безводный, ч.д.а., ГОСТ 4166-76

Натрий хлористый, ч.д.а., ГОСТ 4233-77

Силикагель для хроматографии, ЛС 5/40 (ЧССР)

Кальций сернокислый, ч.д.а., ГОСТ 3210-77

Серная кислота, х.ч., ГОСТ 4204-77

Дистиллированная вода

Стандартный раствор лентаграна в ацетоне с концентрацией 100мкг/мл

Серебро азотнокислое,ч., ГОСТ 1277-75

Проявляющие реактивы

1. Реактив Драгендорфа в модификации А.С.Тищенко. Растворяют 1,5 г нитрата висмута и 7,5 г иодида калия в 100 мл 2%-ной серной кислоты.

2. 0,5 г азотнокислого серебра растворяют в 5 мл дистиллированной воды,добавляют 7 мл аммиака и доводят до 100 мл ацетоном.

2.3. Приборы и посуда

Аппарат для встряхивания, АВУ-1, ТУ 64-1-1081-73

Испаритель ротационный, ИР-1м, ТУ 25-11-917-74

Прибор для облучения УФ-светом с лампой ПРК-4, ТУ 16-535-280-74

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 10391-74

Камера для опрыскивания, ТУ 25-11-430-70

Хроматографическая камера, ГОСТ 10565-75

Воронки химические, ГОСТ 8613-81

Колбы конические со шлифом и пробками на 250-500мл, ГОСТ 10394-72

Колбы круглодонные со шлифом на 100-250 мл, ГОСТ 10394-72

Делительные воронки на 250-500 мл, ГОСТ 8613-81

Пипетки на 0,1 мл, ГОСТ 20292-74

Цилиндры мерные на 50-100 мл, ГОСТ 1770-81

2.4. Отбор проб

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

2.5. Подготовка к определению

2.5.1. Приготовление пластинок

Стеклянные пластинки размером 9 х 12 см тщательно моют. 3,5 г силикагеля смешивают в ступке с 1,5 г сернокислого кальция, добавляют 30 мл дистиллированной воды, хорошо перемешивают и равномерно наносят на 5 пластинок. Сушат их при комнатной температуре 17-18 часов, затем в сушильном шкафу 20 минут при температуре 170-180°С и хранят в эксикаторе над слоем осушителя.

2.6. Проведение определения

Вода. 200 мл воды помещают в делительную воронку и досаливают 10-15 г хлористого натрия. Пентагран экстрагируют тремя порциями н-гексана по 50 мл каждый раз в течение 5 минут. Объединенный экстракт фильтруют над слоем безводного сернокислого натрия. Растворитель отгоняют на ротационном испарителе до 0,2-0,3 мл при температуре воды в бане около 50°С. Остаток удаляют в токе воздуха

Почва. 100 г измельченной почвы помещают в коническую колбу с притертой пробкой, заливают 200 мл водного ацетона (1:1) или 80 мл ацетона. Экстракцию пиридата проводят путем энергичного встряхивания в течение одного часа. Раствор фильтруют и переносят в делительную воронку, добавляют 200 мл дистиллированной воды (в случае экстракции водным ацетоном) и экстрагируют лентагран тремя порциями гексана по 50 мл. Растворитель объединяют, сушат над безводным сернокислым натрием, концентрируют до 0,2-0,3 мл. Остаток удаляют в токе воздуха. Ацетоновый экстракт отгоняют на ротационном испарителе.

Зеленая масса кукурузы. 40 г измельченной зеленой массы кукурузы помещают в коническую колбу с притертой пробкой, заливают до покрытия поверхности н-гексаном или этилацетатом. Экстракцию проводят путем энергичного встряхивания в течение одного часа. Экстракт отфильтровывают через складчатый фильт со слоем безводного сернокислого натрия. Растворитель отгоняют на ротационном испарителе до объема 0,2-0,3 мл. Остаток удаляют в токе воздуха.

2,5.2. Очистка экстрактов

Сухой остаток растворяют в 5 мл ацетонитрила, добавляют 100мл воды и отфильтровывают через складчатый фильтр.

Лентагран экстрагируют 3 порциями н-гексана по 70 мл в течение 5 минут.

Экстракты объединяют, сушат над безводным сернокислым натрием и отгоняют на ротационном испарителе до 0,3 мл.

2.5.3. Идентификация и количественное определение лентаграна

Пробу, концентрированную до 0,3 мл, количественно переносят на пластинку с сорбентом.

Параллельно наносят серии стандартных растворов с содержанием

3, 5, 10 мкг действующего вещества лентаграна.

При необходимости используют двумерную хроматографию, используя в качестве первой подвижной фазы хлороформ. Затем пластинку помещают в камеру с системой подвижных растворителей н-гексан-ацетон 4:1 по объему.

После обработки стеклянных пластинок реактивом Драгендорфа лентагран проявляется в виде красных пятен с величиной $R_f$ =0,65±0,05. Нижний предел обнаружения 2 мкг.

После обработки хроматограмм азотнокислым серебром их помещают под источник УФ-света до четкого появления пятен препарата.

Содержание лентаграна в исследуемой пробе вычисляют по формуле:

$$X = \frac{A}{P}$$ , где

A - количество препарата, найденное на хроматограмме при сравнении со стандартом, мкг;

P - навеска или объем воды, г, мл;

X - содержание лентаграна в пробе, мг/кг, мг/л.

3. Техника безопасности

Необходимо соблюдать общепринятые правила безопасности при работе с органическими растворителями и токсичными веществами.

4. Методика разработана Красных А.А., Чебышевой В.М. (ВНИИ защиты растений).

# 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