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.ЗАЙЧЕНКО

"23" мая 1985 г.

№3875

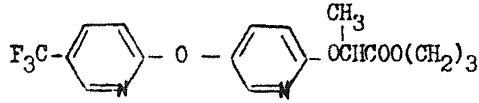
ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ФЮЗИЛАДА В СВЕКЛЕ МЕТОДОМ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

I. Краткая характеристика препарата

Форма препарата: 25% эмульгирующий концентрат.

Действующее вещество - бутил-2-(4-(5-трифторметилпиридин-2-окси)фенокси)пропионат

Структурная формула



$C_{19}H_{20}F_3NO_4$

Мол. масса 383

Жидкость светло-желтого цвета; температура кипения 170°С при 0,5 мм рт.ст.; плотность 1,21 г/см^3, устойчив 6 месяцев при температуре 37°С; растворимость: в воде-2 мг/л, в пропиленгликоле-20 мл/л, полностью смешивается с ацетоном, циклогексаном, гексаном, метанолом, ксилолом, CH_2Cl_2.

Препарат малотоксичен для млекопитающих, $ЛД_{50}$ для крыс при пероральном введении 3328 мг/кг.

Фюзилад применяется для борьбы с однолетними и многолетними злаковыми сорняками, как послевсходовый гербицид на посевах са-

харной свеклы, подсолнечника и др. овощных культур.

2. Методика определения фюзилада в свекле методом газожидкостной хроматографии

2.I. Основные положения.

2.I.I. Принцип метода

Метод основан на извлечении фюзилада из растительного материала (свеклы) гексаном, очистке от примесей на силуфоле при развитии хроматограммы (дважды) бензолом, извлечении с поверхности силуфола этанолом, переводе в гексан и хроматографическом определении.

2.I.2. Метрологическая характеристика метода

Наименование действующего вещества - бутил-2(2-(5-трифторметил пиридин-2-окси)фенокси)пропионат

Число параллельных определений - 5

Размах варьирования - 77-83%

Среднее значение определения - 78,4%

Стандартное отклонение - 3,I3%

Относительное стандартное отклонение - 3,99%

Доверительный интервал - 3,86

Предел обнаружения - 0,0I мг/кг.

2.I.3. Избирательность метода

Другие гербициды, применяемые для выращивания свеклы, определению не мешают (бетанол, бетанеко, голтикс, лонтрел).

2.2. Реактивы и растворы

н-Гексан, ч.,ТУ 6-09-3375-78

Натрий сернокислый безводный, ч.д.а., ГОСТ 4I66-76

Бензол, хч., ГОСТ 5955-8I

Спирт этиловый, 96%-ный ТУ 6-09-I7I0-77

Силуфол, ЧССР

Фаза - Хроматон-N-супер 3% ХЕ-60 (0,I6-0,20 мм)
Стандартный раствор готовиться растворением I00 мкг химически чистого бутил-2(4-(5-трифторметил пиридин-2-окси)фенокси)пропионата в I00 мл гексана (I мг/мл). При необходимости приготовляется промежуточный раствор, содержащий 0,I мг/мл.

2.3. Приборы и посуда

Прибор для отгонки растворителей ИР-IM, ТУ 25-II-9I7-74
Колбы конические емк. I00 мл, ГОСТ I0394-72
Воронки химические, ГОСТ 86I3-75
Колбы грушевидные, ГОСТ I0394-72
Капилляры, микропипетки, ГОСТ 20-292-74
Фильтры бумажные, ТУ 6-09-I678-77
Цилиндры мерные, ГОСТ I770-74
Шприц емк. I0 мкл, ТУ 2-833-I06
Хроматограф "Цвет-I06" с детектором по захвату электронов (ДЗЭ)
Азот газообразный, особой чистоты, содержание O_2 не более 0,003%, ГОСТ 9293-74

2.4. Отбор, хранение и доставка проб

2.4.I. Отбор проб производится в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов", утвержденными Заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР 2I.08.79 за №205I-79

Пробу свеклы I00-200 г очищают, доводят до пищевого вида, измельчают ножом или на мясорубке и отбирают среднюю пробу 25-50 г.

2.5. Проведение определения

2.5.I. Экстракция препарата из анализируемой пробы

Измельченную навеску 25-50 г помещают в коническую колбу, заливают гексаном на ночь. Количество свеклы зависит от предпо-

лагаемого содержания фюзилада в пробе. При малых содержаниях навеска составляет 50 г, при больших содержаниях целесообразно уменьшить до 25 г свеклы. Проба заливается гексаном в количестве 25-30 мл, в зависимости от навески пробы и оставляется на ночь; при взбалтывании продолжительность экстракции сокращается до двух часов.

Гексановый экстракт отделяют от массы фильтрованием через бумажный фильтр со слоем натрия сернокислого безводного 5 г и упаривают до 0,5 мл на ротационном испарителе при температуре 68°С.

2.5.2. Проведение определения

Упаренный экстракт 0,5 мл количественно стеклянным капилляром или микропипеткой переносится на пластинку "Силуфол".

Ширина пластины 20 мм, высота 150 мм. Нанесение производится в 5 точек по горизонтали на высоте 15 мм от края пластины. Расстояние между точками по 3 мм.

Затем, для очистки от сопутствующих веществ, содержащихся в свекле и мешающих определению, производят хроматографирование полученной пробы. Хроматограмму дважды развивают в бензоле с подсушиванием при температуре 70-90°С.

Опыт показывает, что фюзилад движется с R_f от 0,18 до 0,21, а сопутствующие вещества, содержащиеся в свекле, делятся на три части: одна из них движется с R_f = 0,- 0,11, другая движется с R_f от 0,32 до 0,55, третья часть веществ движется вместе с фюзиладом. Для очистки пробы от этих веществ применяется второй этап очистки. Тонкий слой силуфола на расстоянии от 12 мм до 30 мм от точек нанесения пробы, с зоной локализации фюзилада счищается в пробирку, заливается этанолом (примерно 1 мл). Экстракция длится 40-60 мин при периодическом встряхивании или помешивании. Содержимое пробирки фильтруют через бумажный фильтр, пробирку обмывают этанолом. Общее количество этанола (на все операции)

не превышает 5 мл. Затем этаноловый экстракт упаривают досуха в пробирке током воздуха. Оставшийся в пробирке фюзилад растворяют количественно (0,5 мл) в гексане 5-10 мин, периодически встряхивая и аликвота вводится в хроматограф.

2.5.3. Газожидкостная хроматография

Для анализа используется н-гексановый экстракт пробы 0,5 мл, полученный как описано в п.2.5.2. В испаритель хроматографа вводят 10 мкл экстракта и анализируют в условиях: колонка стеклянная 2х3 мм; носитель Хроматон N-супер (0,16-0,20 мм); неподвижная фаза-3% ХЕ-60; скорость азота 21 мл/мин; температура колонки 175°С; температура испарителя 200°С; температура детектора 180°С; рабочая шкала электрометра 200×10^{-12}а; время удерживания 11'45'' при указанных условиях хроматографирования.

2.6. Обработка результатов

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

$$X = \frac{A \cdot H_2 \cdot У_1 \cdot У}{H_1 \cdot У_2 \cdot P}$$, где

X - содержание гербицида в пробе, мг/кг;
A - количество гербицида в стандартном растворе, введенном в хроматограф, мкг/мл;
$У_1$ - объем стандартного раствора гербицида, введенного в хроматограф, мкл
H_1 - высота пика стандартного раствора гербицида, мм;
H_2 - высота пика гербицида в пробе, мм;
$У_2$ - объем пробы, введенной в хроматограф, мкл;
У - общий объем экстракта после упаривания и разведения, мл;
P - масса анализируемой пробы, г.

3. Требования безопасности

Соблюдаются требования безопасности, рекомендуемые для работы с органическими растворителями и токсическими веществами.

4. Методические указания разработаны к.т.н. Криволуцким К.В., к.б.н. Примаком А.П., Тулуповой С.В., Всесоюзный научно-исследовательский институт селекции и семеноводства овощных культур, г. Москва.

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