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.

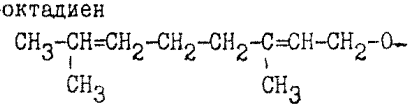
"УТВЕРЖДАЮ"
Заместитель Главного Государственного санитарного врача СССР
А.И.ЗАЙЧЕНКО

"12" апреля 1985 г.
№3254-85

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МЕТОДАМИ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ И ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ АНАЛОГА ЮВЕНИЛЬНОГО ГОРМОНА -п-ХЛОРФЕНИЛОВОГО ЭФИРА ГЕРАНИОЛА В ЗЕРНЕ ПШЕНИЦЫ, ПОЧВЕ, ВОДЕ И ЗЕЛЕНЫХ ЛИСТЬЯХ РАСТЕНИЙ

I. Краткая характеристика препарата

п-Хлорфениловый эфир гераниола-I-(4-хлорфенокси)-3,7-диметил-2,6-октадиен



$C_{16}H_{21}ClO$

М.м.264,5; желтоватая жидкость со слабым запахом, $n_{Д}^{20}$ = I,529I температура кипения при I мм рт.ст.I55°С, плохо растворим в воде, растворим в органических растворителях, стабилен в нейтральной среде. $ЛД_{50}$ для крыс - более 5000 мг/кг. Рекомендуется использовать для борьбы с вредителями овощных и оранжерейных культур, зерна.

2. Методика определения п-хлорфенилового эфира гераниола в зерне пшеницы, почве, воде и зеленых листьях растений

2.I. Основные положения

2.I.I. Принцип метода

Метод основан на извлечении п-хлорфенилового эфира гераниола органическим растворителем, очистке экстрактов методом препаративной хроматографии на окиси алюминия, идентификации методом тонкослойной хроматографии и количественном определении методом газожидкостной хроматографии с пламенно-ионизационным детектором на неподвижных фазах SE-30 и XE-60.

2.I.2. Метрологическая характеристика метода

Диапазон определяемых концентраций 0,002-5,0 мг/кг. В таблицах I и 2 приведены средние значения определений, стандартное отклонение и доверительный интервал для различных концентраций.

Таблица I

Метрологическая характеристика ТСХ метода обнаружения р-хлорфенилового эфира гераниола в объектах окружающей среды (для n=4)

Анализируемый объект	Диапазон задаваемых концентраций, мг/кг	Размах варьирования в %	Среднее значение определения в %	Относительное стандартное отклонение в %	Доверительный интервал в % при P = 0,95
Зерно	0,I0-2,87	83-9I	87,I	I,2	3,2
Вода	$(2-5).I0^{-3}$	72-99	88,2	5,2	I4,0
Почва	0,05-I,00	75-96	86,4	5,2	I4,0
Листья	0,24-5,00	68-86	74,3	8,5	I3,4

Таблица 2.

Метрологическая характеристика ГЖХ метода количественного определения полового *п*-хлорфенилового эфира гераниола в объектах окружающей среды

Объект	Задано мг/кг	Число параллельных определений	Обнаружено в % при P = 0,95	Стандартное отклонение %	Доверит. интервал %
Зерно	2,876	4	71,6 ∓ 4,4	2,8	4,4
	2,014	3	73,9 ∓ 3,8	1,6	3,8
	0,096	3	71,5 ∓ 15,2	6,1	15,2
Вода	$5,03.10^{-3}$	3	93,4 ∓ 12,8	5,2	12,8
	$2,02.10^{-3}$	4	68,7 ∓ 4,8	3,0	4,8
Почва	1,00	5	75,3 ∓ 3,6	2,9	3,6
	0,048	3	77,2 ∓ 5,9	2,4	5,9
Листья	5,00	4	76,8 ∓ 7,4	4,7	7,4
	0,24	4	76,2 ∓ 12,7	8,0	12,7

2.I.3.Избирательность метода в присутствии пестицидов, близких по химическому строению и области применения.

Близким по строению и области применения является р-бромфениловый эфир гераниола. однако в системах гексан-этилацетат (9:I) и гексан-ацетон (4:I) они четко разделяются. Фосфорорганические пестициды не мешают определению п-хлорфенилового эфира гераниола.

2.2.Реактивы и материалы

Гексан,ч.,ТУ 6-09-3375-78
Циклогексан,ч., ТУ 6-09-4357-77
Диэтиловый эфир, для наркоза
Натрий сернокислый б/в,хч, ГОСТ 4166-8I
Алюминия окись для хроматографии П ст. активности,ТУ 6-09-39I6-83
Алюминия окись П ст.акт. по Брокману, пр-во ВНР "Реахим"
Иод кристаллический.
Хроматон *N-AW-ДМСS* (0,I6-0,20 мм) с 5% *SE-30*
Хроматон *N-AW-ДМСS* (0,I6-0,20 мм) с 5% XE-60
Стандартный раствор п-хлорфенилового эфира гераниола в гексане - I00 мкг/мл и I0 мкг/мл.

2.3.Приборы и посуда

Хроматограф серии "Цвет" с пламенно-ионизационным детектором
Ротационный испаритель ИР-ТМ, ТУ 25-II-9I7-76
Водоструйный насос, ГОСТ I0696-75
Аппарат для встряхивания АВУ-I, ТУ 64-I-I08I-73
Колбы конические емк. 250 мл, ГОСТ I0394-72
Колбы круглодонные емк. 500,250,I00 мл, ГОСТ I0394-72
Фильтр Шотта № 3
Воронка делительная, емк. 2 л, ГОСТ 86I3-75
Воронки химические, ГОСТ 86I3-75
Пипетки I-I0 мл,ГОСТ 20292-74
Микропипетки 0,I-0,2 мл,ГОСТ I770-74
Стеклянные пластинки для ТСХ размером 8 х I6 мм
Эксикатор для проявления пластин в парах иода
Сосуды для ТСХ объемом не менее I л с крышками
Сосуды для препаративной ТСХ (кристаллизаторы с крышками)
Микрошприц емк. I0 мкл,МШ ТУ 5Е.2.833.024.

2.4.Отбор проб и подготовка к определению

2.4.I. Отбор проб

Отбор проб производят в соответствии с унифицированными правилами отбора сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды, утвержденных заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР 2I.8.I979.№ 2051-79.

Для анализа используют средние пробы измельченной и просеянной почвы массой 50 г, воды объемом I л, зерна пшеницы 50 г, зеленые листья растений - I0 г.

2.5. Проведение определения.

2.5.I. Экстракция, очистка экстракта.

Почва. 50 г почвы помещают в коническую колбу, заливают I50 мл диэтилового эфира и встряхивают I час. Раствор фильтруют через слой сульфата натрия б/в.Повторяют экстракцию дважды с 70 мл растворителя в течение I5 минут. Объединенные экстракты концентрируют на ротационном вакуумном испарителе до I-2 мл при температуре 30°.Остаток количественно переносят на пластину с незакрепленным слоем окиси алюминия П-ой ст. активности по Брокману. Толщина слоя - 2 мм. Вещество элюируют циклогексаном в сосуде для препаративной ТСХ, размещая пластину под углом 7-I0°.Зону, соответствующую р-хлорфениловому эфиру (по сопоставлению со стандартом, который обнаруживают в аналогичных условиях при проявлении в парах иода), количественно переносят на фильтр Шотта № 3 и промывают подогретым до 40-50° гексаном. Фильтрат (очищенный экстракт) при необходимости концентрируют на ротационном испарителе и анализируют методами ТСХ и ГЖХ.

Вода. Пробу воды объемом I л помещают в делительную воронку и трижды экстрагируют гексаном порциями I50,80 и 80 мл по 2 минуты. Органический слой отделяют, сушат безводным сульфатом натрия , концентрируют при температуре не выше 40° и далее очищают и анализируют,как описано выше.

Зерно. 50 г зерна помещают в коническую колбу и экстрагируют гексаном трижды, используя последовательно 70, 30 и 30 мл растворителя в течение 60, 3 и 3 минут. Объединенный экстракт очищают и анализируют, как описано выше.

Зеленые листья растений .Навеску I0 г измельченного растительного материала помещают в коническую колбу и трижды экстрагируют гексаном порциями по 70 мл в течение 40, I0 и I0 минут.Объединенный растительный экстракт очищают и анализируют,как описано выше.

2.5.2. Идентификация и количественное определение р-хлорфенилового эфира гераниола

2.5.2.I. Метод тонкослойной хроматографии

Для качественной идентификации р-хлорфенилового эфира гераниола в воде, почве, зерне пшеницы и зеленых листьях растений методом ТСХ см. "Методические указания по определению остаточных количеств некоторых аналогов ювенильного гормона: алтосида, алтозара и р-бромфенилового эфира гераниола в растениях картофеля и почве методами тонкослойной и газожидкостной хроматографии" (часть XIII, I983 г.). Нижний предел обнаружения р-хлорфенилового эфира гераниола методом ТСХ 2 мкг, или 0,002 мг/л для воды, 0,04 мг/кг для почвы и проб растительного происхождения. В таблице 3 приведены значения R_f р-хлорфенилового эфира гераниола в некоторых системах подвижных растворителей.

2.5.2.2. Метод газожидкостной хроматографии.

Носитель - Хроматон N-AW-ДМСS (0,I6-0,20 мм),
Неподвижная фаза - 5% XE-60, либо 5% SE -30,
Расход азота - 60 мл/мин, - 40 мл/мин,
Температура испарителя - 2I0°С, - 230°С,
Температура колонки - I80°С, - 205°С,
Шкала электрометра - $2.I0^{-II}$ а,
Линейный диапазон детектирования - I0-I00 нг,
Минимально детектируемое количество - I0 нг,
Время удерживания - 7,58 мин (на XE-60) и - 4,II мин (на S E-30),
Вводимый в колонку газового хроматографа объем анализируемого экстракта I-2 мкл.

2.6. Обработка результатов

Содержание р-хлорфенилового эфира гераниола в пробе при определении методом ГЖХ рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{C_{ст.} \cdot V_I \cdot h_2 \cdot V_3}{V_2 \cdot h_I \cdot M}$$, где

X - содержание вещества в пробе, мг/кг, мг/л
$C_{ст.}$ - содержание вещества в стандарте, мкг/мл
V_I - объем стандарта, введенного в колонку газового хроматографа, мкл
V_2 - объем анализируемой пробы, введенной в колонку газового хроматографа, мкл
V_3 - общий объем анализируемой пробы, мл
h_I - высота пика стандарта, мм
h_2 - высота пика анализируемой пробы, мм
M - масса пробы, взятой для анализа, г

Таблица 3.

Значения R_f п-хлорфенилового эфира гераниола в некоторых системах (24 °С)

Элюэнт	R_f на пластинах Силуфол	R_f на пластинах из окиси алюминия
Циклогексан	0,10	0,50
Гексан-этилацетат, 4:1	0,78	-
Гексан:этилацетат, 9:1	0,57	-
Гексан-диэтиловый эфир, 9:1	0,75	0,90

3. Требования техники безопасности.

В процессе работы по данным методическим указаниям нужно придерживаться правил техники безопасности, рекомендованных при работе с органическими растворителями и токсическими веществами.

4. Методические указания подготовлены

Албул И.А. - Всесоюзный научно-исследовательский институт биологических методов защиты растений, г.Кишинев.

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