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.
Рег.№ 4030-85

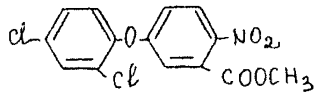
ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МОДАУНА В ВОДЕ И ПОЧВЕ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИЕЙ

I. Краткая характеристика препарата

I.I. Модаун, бифенокс

I.I.I. 2-нитро-5-(2,4-дихлофенокси)бензойной кислоты метиловый эфир

I.2. Структурная формула



Мол.масса 342,I

I.3. Желтое кристаллическое вещество, т.пл.84-86°С. Растворимость в воде 0,35 мг/л, в ацетоне 400 г/кг, в ксилоле 30%, хлорбензоле 40%, в алифатических углеводородах менее I%.

Выпускается в виде 80%-го с.п. с содержанием в концентрате эмульсии по д.в. 200 г/л и I0% гранул.

$ЛД_{50}^{мя}$ крыс более 6400 мг/кг. Не раздражает кожу. Практически не токсичен для пчел и других насекомых. Мало токсичен для рыб. Предложен для борьбы с сорняками растений в посевах риса.

МДУ и ПДК не установлены.

2. Методика определения

2.I. Основные положения

2.I.I. Принцип метода

Метод основан на извлечении препарата из воды и почвы органическими растворителями. Почвенные экстракты очищаются от коэкстрактивных веществ перераспределением с концентрированной серной кислотой и хроматографированием в тонком слое силикагеля. Количественное определение производят с помощью газовой хроматографии.

2.I.2. Метрологическая характеристика метода.

Предел обнаружения в воде - 0,00I мг/л, в почве - 0,002 мг/кг.

Размах варьирования, Р, % в воде - 86-89, в почве 65-77.

Среднее значение определения, $\bar{c}$, % в воде-88,6, в почве-69,8.

Стандартное отклонение, S, % в воде - 2,3, в почве - 4,6.

2.I.3. Определению в воде мешают гербициды группы нитродифениловых эфиров, имеющие близкие параметры удерживания ГЖХ. Применение очистки на пластинке ТСХ позволяет разделить соединения этой группы.

2.2. Реактивы и растворы.

Гексан, х.ч., ТУ 6-09-3375-78;

Ацетон, ч.д.а. ГОСТ 2603-79;

Кислота серная, х.ч., уд.вес I,84, ГОСТ 4204-76;

Натрий сернокислый безводный, ч., ГОСТ 4I66-76;

Алюминий сернокислый, ч.д.а., ГОСТ 3758-75;

Стандартный раствор модауна с концентрацией I - I00 мкг в мл

2.3. Приборы и посуда

Газовый хроматограф серии Цвет-I00, оснащенный детектором постоянной скорости рекомбинации, или аналог

Колбы грушевидные на шлифах КШ 50 29/32 ТС, ГОСТ I0394-72;

Колбы конические на шлифах КШ 50 29/32 ТС, ГОСТ I0394-72;

Воронки делительные ВД-3-500, ГОСТ 9613-75;

Воронки конические диаметр 5 см; Пластинки "Силуфол УВ 254";

Колбы мерные I00 мл, ГОСТ I770-74; Хроматографические камеры;

Аппарат для встряхивания АВУ-I ТУ 64-I-I08I-73;

Ротационный испаритель ИР-IМ ТУ 25II-917-74;

Микрошприцы МШ-IOМ, ТУ 2.833.I06;

2.4. Подготовка к определению

Органические растворители необходимо перегнать, сульфат натрия безводный прокалить при температуре 300°С.

2.4.I. Отбор проб

Отбор проб для анализа проводят в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов", утвержденными Заместителем Главного государственного врача СССР № 205[illegible]-79 от 21.08.79 г.

Для анализа отбирают 200 мл воды и I00 г почвы.

2.5. Ход определения.

2.5.I. К 200 мл воды прибавляют 50 мл 5%-го водного раствора сульфата алюминия и препарат экстрагируют трижды по 25 мл гексана. Объединенный гексановый экстракт осушают сульфатом натрия безводным и упаривают на

ротационном испарителе досуха. Прибавляют 0,5 мл гексана и аликвоту хроматографируют.

2.5.2. Почва. 100 г воздушно-сухой почвы растирают в ступке и просеивают через сито. Пробу помещают в коническую колбу на 500 мл с притертой пробкой и экстрагируют препарат на аппарате для встряхивания в течение 3-5 часов 150 мл смеси гексан-ацетон (1:1). Растворитель отфильтровывают, колбу промывают трижды по 30 мл смеси гексан-ацетон (1:1).

Объединенный фильтрат переносят в делительную воронку, добавляют 500 мл воды и собирают верхний гексановый слой. Нижний водный слой дважды экстрагируют по 30 мл гексана. Объединенный гексановый экстракт концентрируют до 20-25 мл на ротационном испарителе и переносят в делительную воронку. Добавляют 5 мл концентрированной серной кислоты и встряхивают в течение 2-3 мин. (не более!). Кислотный слой переносят в другую делительную воронку, содержащую 150 мл воды. Гексановый экстракт еще дважды обрабатывают по 3-4 мл серной кислоты, которую также переносят в воду. Из кислого водного раствора гербицид извлекают 3 раза по 15 мл гексана. Объединенный гексановый экстракт очищают от остатков кислоты промыванием водой (трижды по 40 мл), осушают над безводным сульфатом натрия и упаривают досуха на ротационном испарителе. Сухой остаток растворяют в 0,1-0,2 мл ацетона и количественно наносят на хроматографические пластинки "Силуфол" в полосу длиной 5 см. Рядом для идентификации местоположения модауна наносят 2-3 мкг гербицида. Хроматографируют в системе гексан-ацетон (2:1), устанавливают дислокацию модауна под УФ-лампой и снимают слой сорбента в месте возможного нахождения гербицида. Элюируют с сорбента ацетоном, упаривают ацетон в грушевидной колбе досуха и остаток растворяют в 0,1-1,0 мл гексана. Аликвоту вводят в хроматограф.

2.5.3. Условия хроматографического разделения:

- стеклянная колонка 1м х 3 мм с 5% SE-30 на Хроматоне Супер (0,16-0,20 мм)
- температура : термостата колонок - 220°С
  термостата детекторов - 250°С
  испарителя - 250°С
- расход газа-носителя (аргон ОСЧ) - 60 мл/мин через колонку и 150 мл/мин на поддувку
- рабочая шкала ИМТ-05 - 10×10^{-12} А
- линейный динамический диапазон 0,5 - 100 нг
- время удерживания - 7,2 мин.

2.6. Обработка результатов анализа.

Содержание гербицида вычисляется по формуле:

$$X = \frac{H.V}{K.V_a.P}$$,где

X – содержание гербицида, мг/кг или мг/л;
H – высота пика, мм;
K – калибровочный коэффициент, мм/нг;
V – объем анализируемой пробы, мл;
V_a – объем вводимый в хроматограф, мкл;
P – навеска, г или мл.

3. Требования безопасности

Необходимо соблюдать правила работы с токсическими соединениями II-го класса токсичности (гербициды), ЛВЖ (органические растворители), сжатыми газами (аргон под давлением).

4. Разработчики:

Настоящие методические указания подготовлены И.Ш.Кофманом и М.Я.Авиновицкой, Институт физиологии растений АН УССР, г.Киев

Методические указания апробированы в институтах ВНИИГИНТОКС (т.Гиренко Д.Б.) и ВНИИЗМК (т.Баранов Ю.С.).

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