ГОСКОМИССИЯ ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ
С ВРЕДИТЕЛЯМИ, БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ
ПРИ МИНСЕЛЬХОЗЕ СССР

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

Часть XV-я

Москва — 1984 г.

gost.e-ecolog.ru

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

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

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

Москва - 1984 г

Настоящие методические указания предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и научно-исследовательских учреждений Минздрава СССР, а также ветеринарных, агрохимических, контрольно-токсикологических лабораторий Минсельхоза 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 при МСХ СССР (председатель Группы экспертов д.б.н. М.А.Клисенко).

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

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ
Л.Г.Александрова, Д.Е.Тиренко, С.В.Лопатко (секретарь),
М.А.Клисенко (председатель), Г.И.Короткова, В.Е.Кривенчук,
М.В.Письменная (зам.председателя), Г.А.Хохолькова.

УТВЕРЖДАЮ:

Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР

А.И.Заиченко

"12" мая 1983 г.

№ 2788-83

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

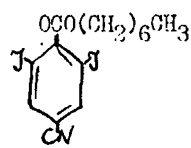
по определению остаточных количеств тотрила в луке зеленом, репчатом методом тонкослойной хроматографии

I. Краткая характеристика препарата

I.I. Тотрил (фирма Рон Пуленк, Франция)
Форма препарата: 25% концентрат эмульсии

I.2. Действующее вещество - иоксинил октаноат:
4-циано-2,6-дийодофенил октаноат

I.3. Структурная формула



I.4. Твердое воскообразное вещество кремового цвета.
Мол.м. . . . 497,I. Температура плавления 59-60°С.
Практически нерастворимо в воде, растворимость в ацетоне I00г/л, в метаноле 90г/л, в ксилоле 500 г/л.

Среднетоксичен для теплокровных животных ($ЛД_{50}$ для крыс 390 мг/кг). Тотрил уничтожает преимущественно однолетние двудольные сорняки: щирица, лебеда, марь белая, пастушья сумка, звездчатка и др. Тотрил в дозировках 2-3 кг/га препарата рекомендуется на вегетирующих посевах лука (в фазу 3-6 листьев).

2. Методика определения

2.I. Основные положения

2.I.I. Принцип метода

Метод состоит из следующих основных этапов.

Извлечение тотрила из измельченного лука гексаном. Перенос веществ на пластины "Силуфол". Облучение УФ светом для перевода тотрила в водоподвижное состояние.

Хроматографирование в тонком слое.

Проявление раствором I0% H_2O_2 или 5% раствором хлорного железа.

2.I.2. Метрологическая характеристика метода

Диапазон линейной зависимости размера и яркости окрашенной полосы от количество тотрила в пробе 0,5–I0 мкг.

Предел обнаружения – 0,02 мг/кг лука
Размах варьирования – 65–85%
Среднее значение определения – 77%

Число параллельных определений –9
Стандартное отклонение – 6,6%
Относительное стандартное отклонение – 8,6%
Доверительный интервал – 77 ± 5,07%,
при P = 0,95 и n = 9

2.I.3. Избирательность метода

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

2.2. Реактивы и растворы:

Н – гексан, ч., ТУ-6-09-3375–78
Перекись водорода, хч, ГОСТ I0929–76
Натрий сернокислый безводный, ГОСТ 4I66–76
Кислота уксусная 98%, хч, ГОСТ 6I–75

Ксилол, ч.,ТУ 6-09-3825-78
Амиловый эфир уксусной кислоты, ч.,ТУ 6-09-1239-76
Пластинки "Силуфол" (связующее - крахмал).
Аммиак водный, чда,ГОСТ 3760-79
Железо трехлористое, хч.,ГОСТ 4147-74
Стандартный раствор: 10 мг тотрила растворяют в мерной колбе на 100 мл в гексане. Раствор соответствует концентрации 100 мкг/мл. Хранят в склянке с пришлифованной пробкой на холоду. Срок хранения - 2 месяца.
Проявляющие реактивы:
10% раствор перекиси водорода, 5 % раствор хлорного железа. (трехлористого)

2.3. Приборы и посуда

Ротационный испаритель ИР-1М, ТУ 25-11-917-74
Колбы конические со шлифом на 100 мл,ГОСТ 10394-72
Колбы грушевидные на 250 мл,
Делительные воронки,ГОСТ 8613-75
Источник УФ света - кварцевая лампа мощностью 250 Вт
Воронки, ГОСТ 8613-75.
Пробирки, ГОСТ 1770-74
Капилляры стеклянные,
Микрокомпрессор МК-Л

2.4. Отбор проб

Отбор проб производится в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов", утвержденных Заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР 21.08.79 за № 2051-79.

Пробу лука 100-200г очищают, измельчают ножом или на мясорубке. Зеленый лук измельчают, предварительно вымыв и просушив. Отбирают среднюю пробу 25-50г.

2.5. Проведение определения

2.5.1. Экстракция препарата и очистка экстракта.

Измельченную навеску 25-50 г помещают в коническую колбу, заливают гексаном 25-50мл на ночь. Количество лука зависит от предполагаемого содержания тотрила в пробе.

Одновременно заливают пробу контрольного лука, в которую вносят 10 мкл отандартного раствора, что соответствует внесению 1 мкг препарата в контрольную пробу.

Гексановый экстракт отделяют от массы фильтрованием через бумажный фильтр со слоем безводного сульфата натрия - 5 г. Колбу и фильтр трижды промывают по 5-10 мл гексана за 1 раз, всего 15-30 мл. Объединенный экстракт упаривают на ротационном испарителе и досушивают струей воздуха.

Сухой остаток растворяют в смеси 10 мл муравьиной кислоты и 2 мл этанола, добавляют 3 мл ксилола, взбалтывают, слой ксилола отделяют, упаривают до объема 0,5 мл. Затем хроматографируют. Аналогично обрабатывается контрольная проба.

2.5.2. Хроматографирование.

Для каждой пробы вырезается отдельная пластина "Силуфол" высотой 100-140 мм, шириной 20 мм. В нижней части ее загибают бортик высотой 5 мм. Проба объемом 0,5 мл вносится в углубление за бортиком при помощи капилляра или микропипетки порциями по 0,10-0,15 мл. Внесения повторяют периодически по мере впитывания. Высота поднятия ксилольного экстракта 60-70мм.

Основная часть луковых веществ остается на старте. Некоторая часть луковых веществ по мере продвижения ксилольного экстракта движется с R_f=0,3-0,5. Тотрил движется на фронте ксилольного экстракта.

После нанесения пробы, пластины слегка подсушивают в сушильном шкафу при температуре 80-100°С в течение 1-2 мин. Затем помещают в эксикатор над 25%-ным раствором аммиака. Выдерживают пластины в атмосфере аммиака в течение 5-10 мин.

Далее пластину облучают в УФ свете в течение 30 мин. на расстоянии 350 мм от лампы мощностью 250 Вт. Тотрил под действием аммиака и УФ-света образует продукты распада, способные давать окрашенное пятно и перемещаться с R_f 0,95-1,0 при развитии хроматограммы водой.

Хроматографируют дистиллированной водой так, чтобы высота подъема воды на 5-10 мм превышала высоту подъема экстракта. Нижний край пластины, содержащий оставшуюся на старте основную массу

луковых веществ, перед хроматографированием обрезают (20-30 мм). Высушивают пластину в сушильном шкафу при температуре 80-100°С 3-5 мин. Хроматографирование и сушку повторяют. Высота подъема воды в обоих случаях должна быть одинаковой.

Затем проявляют. Рекомендуется не опрыскивать пластину проявляющим раствором, а осторожно смачивать небольшими порциями (0,1-0,2 мл) на расстоянии 20-30 мм от предполагаемого местонахождения тотрила 10%-ным раствором перекиси водорода. Раствор наносят капилляром. Можно также проявлять раствором хлорного железа. При наличии тотрила в пробе проявляется сине-фиолетовая полоска. Использование способа нанесения полосой повышает чувствительность метода, но требует определенных навыков при проявлении и оценке содержания тотрила в пробе, поскольку вместо привычного пятна проявляется несколько небольших (диаметром 2-3 мм) пятнышек, соединенных извилистой полосой. Контрольная проба обрабатывается параллельно с пробой в идентичных условиях.

2.6. Обработка результатов анализа. Количественную оценку содержания остаточных количеств тотрила производят путем визуального сравнения интенсивности окраски и размера окрашенной полосы пробы и стандартного раствора, спустя 20-30 мин после проявления. Содержание тотрила в пробе (X мг/кг) рассчитывают по формуле

$$X = \frac{A}{P}$$, где:

X - содержание препарата в пробе, мг/кг;
A - количество препарата, найденное в пробе, мкг;
P - навеска, г

2.7. Требования безопасности.

Соблюдать требования безопасности обычно рекомендуемые для работы с органическими растворителями.

2.8 Разработчики

Примак А.В., Криволуцкий К.В., Тулупова С.В., ВНИИССОК, Московская обл

СОДЕРЖАНИЕ

ГАЛОИДОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

стр

1. Временные методические указания по газохроматографическому определению альфа-3 в почве, воде и растительном материале I
2. Временные методические указания по определению даконила в растительной продукции, почве и воде тонкослойной и газожидкостной хроматографией 8
3. Временные методические указания по определению дактала в эфирных маслах методом газожидкостной хроматографии I4
4. Методические указания по определению остаточных количеств далапона в воде, почве, моркови, винограде и в хлопковых семенах методом тонкослойной хроматографией I9
5. Методические указания по определению ДД и ДДЭ в почве методом газожидкостной хроматографии 27
6. Временные методические указания по фотоэлектроколориметрическому определению глифтора в органах и тканях животных 35
7. Методические указания по определению пентацина методом газожидкостной хроматографии в семенах и зеленой массе люпина желтого. 43
8. Временные методические указания по определению сумицидина в корнеклубнеплодах, молоке, растениях, почве методом газожидкостной хроматографии. 52
9. Временные методические указания по определению тиодана и продуктов его превращения в мясе, органах и тканях животных хроматографическими методами 58
10. Методические указания по определению тиодана в растительных маслах методом газожидкостной хроматографии 65
11. Временные методические указания по определению остаточных количеств тотрила в луке зеленом, репчатом методом тонкослойной хроматографии 69

ФОСФОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

I. Методические указания по определению фосфорорганических пестицидов (дифос,ДДВФ,хостаквик,цианокс,циодрин) в почве хроматоэнзимным методом 74

АЗОТСОДЕРЖАЩИЕ ПЕСТИЦИДЫ

I. Временные методические указания по определению бутилкантакса в почве,воде и растительном материале методом газожидкостной хроматографии 83
2. Временные методические указания по определению остаточных количеств дифенамида в почве, растениях и эфирных маслах методом газожидкостной хроматографией 90
3. Временные методические указания по определению дефолианта дроппа методом хроматографии в тонком слое в волокнах, листьях,семенах хлопчатника и в почве 96
4. Временные методические указания по определению остаточных количеств картоцида (фитона) в картофеле,огурцах,томатах луке,свекле и воде методом тонкослойной хроматографии. 102
5. Временные методические указания по определению КН-77 в воде методом тонкослойной хроматографии 107
6. Временные методические указания по определению линурона и дипрониона в луке зеленом,репчатом методом тонкослойной хроматографии 113
7. Временные методические указания по определению метирама в растительных образцах (яблоках,огурцах, томатах) газохроматографическим методом 121
8. Временные методические указания по определению митака в растительном материале, почве, воде, органах, тканях и молоке животных методами тонкослойной и газожидкостной хроматографии 129
9. Временные методические указания по определению нимрода в почве,воде,огурцах методом тонкослойной хроматографии 136

10. Временные методические указания по определению роданида натрия в семенах подсолнечника и воде методом тонкослойной хроматографии. 144
11. Временные методические указания по определению рубигана в яблоках и огурцах хроматографическим методом 149
12. Временные методические указания по определению остаточных количеств сангора в воде,почве и в растительных объектах методом газожидкостной хроматографии 155
13. Временные методические указания по определению стомпа в воде,почве и растительных соъектах методами газожидкостной,тонкослойной хроматографии и УФ-спектрофотометрии 167
14. Временные методические указания по определению сумилекса в воде,почве,семенах подсолнечника и биосредах методом тонкослойной хроматографии 183
15. Временные методические указания по определению остаточных количеств суффикса в почве хроматографическими методами 193
16. Временные методические указания по определению ТИ-78 в клубнях картофеля и воде 199
17. Методические указания по определению остаточных количеств тачигарена в почве тонкослойной хроматографией 205
18. Временные методические указания по определению томилона в воде,почве и растительном материале методами тонкослойной и газожидкостной хроматографии 211
19. Временные методические указания по определению ФДН / N,N -диметил-N-(3-хлорфенил)-гуанидина / в почве методом тонкослойной хроматографии 218
20. Методические указания по определению фенилмочевинных гербицидов (фенурон,которан,монурон,диурон,арезин, линурон,паторан,малоран) в почве, растительном материале и овощах методом газожидкостной хроматографии 225
21. Методические указания по определению фенилмочевинных гербицидов (фенурона,которана,монурона,диурона,дикурана,дозанекса,тенорана,фалорана,арезина,линурона,паторана,малорана) в воде, почве,растительной массе,овощах методом тонкослойной хроматографии 254
22. Методические указания по хроматографическому определению фенмедифама (бетанала) в воде,почве,сахарной свекле и биологических средах 244

ОЛОВООРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

I. Временные методические указания по определению перопала в яблоках и почве методом тонкослойной хроматографии 257
2. Временные методические указания по определению действующего вещества препарата пликтран и его метаболитов (окись дициклогексилолова, циклогексилоловянная кислота) в воде, почве и растительном материале хроматографическим методом и неорганического олова в тех же средах спектрофотометрическим методом 263

РАЗНОЕ

I. Методические указания . Общие требования к методикам измерения концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны 273

Л - 64298 от 200385, Тираж 2000 экз., Заказ № 1929

Типография ВАСХНИЛ

gost.e-ecolog.ru