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
"____"_____ 198 г.
№ .

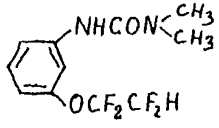
ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по определению томилона в воде, почве и растительном материале методами тонкослойной и газожидкостной хроматографии

I. Краткая характеристика препарата

I.I. Томилон, тетрафлурон

I.2. N,N – диметил-N'–(3 тетрафторэтокифенил) мочевина

I.3. 

М.м. 280,0

I.4. В чистом виде белое кристаллическое вещество. Т.пл. 115-117°С. Растворимость в воде 225 мг/л при 25°С. Хорошо растворим в большинстве органических растворителей. Выпускается в виде 65% смачивающегося порошка. Препарат обладает видовой чувствительностью $ЛД_{50}$ на белых крысах 6570 мг/кг, на мышах 570 мг/кг. ПДК и ДОК не установлены. Применяется для борьбы с одно-и двудольными сорными растениями на хлопчатнике.

2. Методика определения томилона

2.I. Основные положения

2.I.I. Принцип метода

Метод основан на извлечении томилона из анализируемых проб органическим растворителем, с последующим определением тонкослойной или газожидкостной хроматографией с ДЭЗ. При определении тонкослойной хроматографией, сильном загрязнении коэкстрактивными веществами в случае газожидкостной хроматографии, пробу дополнительно очищают на колонке с активированным углем.

2.I.2. Метрологическая характеристика

	ТСХ	ГЖХ
Нижний предел обнаружения:		
вода	0,0I мг/л	0,00I
почва и растительный материал	0,05 мг/кг	0,005
Минимально детектируемое количество	0,5 мкг	0,5 нг
Размах варьирования, %:		
растения	83-88	88-87,5
почва	85-90	90-95
вода	80-99	88-98
$\bar{C}$ - среднее значение определения, %:		
растения	82,2	84,5
почва	87,3	89,7
вода	92,5	95,0
S - стандартное отклонение, %:		
растения	$\pm$ 8,5	$\pm$ 5,8

почва	± 7,6	± 6,I
вода	± 5,3	± 4,2

Доверительный интервал среднего, при P=0,95 и n=5

растения	82,2±II,I	84,5±5,5
почва	87,3±II,2	89,7±4,7
вода	92,5±7,5	95,0±4,6

2.I.3. Избирательность метода

Рогор, фозалон, антио, которан, базудин, ДДТ, ГХЦГ определению не мешают.

2.2. Реактивы и растворы

Этилацетат, х.ч., ГОСТ 22300-76

Гексан, х.ч., ТУ 6-09-3575-78

Эфир диэтиловый (эфир для наркоза) Фармакопея СССР

Сульфат натрия безводный, ч.д.а., ГОСТ 4I66-76

Уголь активированный ОУ-А или КАД молотый, или БАУ или АР-3.

Алюминий окись II степени активности,

Проявляющий реактив для ТСХ: 50 мг бромфенолового синего растворяют в I0 мл ацетона и доводят до I00 мл I% водно-ацетоновым раствором азотнокислого серебра (ацетон:вода - 3:I)

Азот особой чистоты, ГОСТ 9293-74, газообразный из баллона

Силуфоловые пластинки "UV - 254".

5% SE-30 на хроматоне N-AW -ДМСS (0,I6-0,20 мм)

Стандартный раствор томилона в этилацетате, содержащий I00 мкг/мл (хранить в холодильнике, в плотно закрытой колбе. Срок хранения 50 дней). I00 мл стандартного раствора достаточно для анализа на 200 пластинках Силуфол.

2.3. Приборы и посуда

Хроматограф газовый с ДЭЗ серии "Цвет"

Хроматографическая камера, ГОСТ 10565-73

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 1770-74

Испаритель ротационный, ИР-1м, ТУ 25-11917-74

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

Микрошприц на 10 мкг, МШ-10, ТУ 5-2.833.0.24

Колонка хроматографическая стеклянная длиной 1 м и внутренним диаметром 3 мл.

Колонка для адсорбционной хроматографии (300х15 мм),

Химическая, стеклянная посуда, согласно ГОСТ 1770-74

Баллоны газовые с редукторами

Набор сит

2.4. Отбор и подготовка проб

2.4.1. 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 21.08.1979 г. за № 2051-79

2.5. Проведение определения

2.5.1. Экстракция

ВОДА. 200 мл анализируемой воды помещают в делительную воронку и трижды экстрагируют бензолом или этилацетатом по 50, 30 и 30 мл в течении 5 мин.

Объединенный экстракт сушат безводным сернокислым натрием (5,0 г), концентрируют на ротационном испарителе до 0,2-0,3 мл.

ПОЧВА. 30 г воздушно-сухой почвы помещают в колбу для экстрак-

ции, слегка увлажняют и заливают 60 мл этилацетата и встряхивают в течении 30 мин, фильтруют через слой безводного сернокислого натрия(5,0 г). Операцию повторяют еще дважды. Объединенный экстракт концентрируют на испарителе до 0,2-0,3 мл.

ЛИСТЬЯ и стебли хлопчатника. Навеску 30 г листьев и стеблей хлопчатника, мелко измельченные, заливают 60 мл этилацетата, встряхивают 30 мин, растворитель отфильтровывают через бумажный фильтр со слоем безводного сернокислого натрия(5,0 г), экстракцию проводят трижды. Объединенный экстракт концентрируют на ротационном испарителе до объема 0,2-0,3 мл.

2.5.2. Очистка экстракта

Почвенные и растительные экстракты при сильном "загрязнении" коэкстрактивными веществами подлежат очистке. Очистку проводят на хроматографической колонке диаметром 15 мм и длиной 30 см, заполненную слоем (2-3 см) безводного сернокислого натрия приблизительно 5,0 г, далее слоем (3-4 см) [illegible] 5,0 г активированного угля марки БАУ или КАД-молотый или ОУА илиАР-3 и (1-2 см) [illegible] 5,0окиси алюминия II степени активности по Брокману. Для уменьшения сорбционной емкости через полоску пропускают 30-40 мл этилацетате. Пробу растворяют в 5,0 мл этилацетата и элюируют 70-100 мл этилацетата под разрежением водоструйного насоса. Элюат концентрируют на ротационном испарителе до объема 0,2-0,3 мл.

2.5.3. Идентификация и количественное определение томилона

2.5.3.1. Метод газожидкостной хроматографии

Хроматограф с детектором по захвату электронов. Используют колонку длиной 1 м и диаметром 3,5 мм, носитель хроматон N-AW-ДМСS

(0,I6-0,20 мм) с неподвижной фазой 5% $\mathcal{S}$ Е-30.

Температура термостата колонки I30°С, испарителя I50°С, детектора 230°С. Расход газа носителя азота - 3 л/час.

Скорость ленты самописца 360 мм/час.

Шкала усилителя 0,25 х $I0^{-I0}$а.

Время удерживания, в указанных условиях, томилона составляет 2 мин 3 с .

В колонку вводят 2 мкл. Линейность детектирования сохраняется в пределах 0,I-5 нг.

2.5.3.2. Условия определения тонкослойной хроматографией.

Исследуемый раствор и стандарты количественно с помощью микропипетки наносят на пластинку и хроматографируют. Стандартные растворы для ТСХ I0 мкг/мл, 5 мкг/мл, I мкг/мл готовят из основного стандарта I00 мкг/мг разведением в I0, 20 и I00 раз. Для ГЖХ готовят I мкг/мл, 0,5 мкг/мл и 0,I мкг/мл. Развивают хроматограмму в системе гексан:эфир - I:4 или четыреххлористый углерод:эфир - I:4. Общий объем растворителей в камере должен быть не выше I см . После поднятия фронта на I0-I2 см пластинку вынимают из камеры просушивают на воздухе и I) обрабатывают проявляющими реактивом бромфеноловым реактивом с последующей сушкой при I00°С. 2) помещают в термостат на 20 мин при температуре I60-I70°. В первом случае томилон проявляется в виде черно-серых пятен. Во втором случае в виде коричневых пятен на белом фоне. Окраски устойчивы длительное время. При развитии в системе гексан-эфир R_f =0,25±0,03 в случае четыреххлористый углерод: эфир R_f =0,6±0,05.

Количество томилона определяется путем сравнения

размера и интенсивности окрашивания пятен пробы и стандартов.

2.6. Обработка результатов

Содержание препарата при определении ГЖХ расчитывают по формуле

$$X=\frac{g \cdot S_{пр} \cdot V_2}{S_{ст} \cdot V_1 \cdot P}$$ мг/кг, мг/л, где:

g – количество препарата в стандартном растворе, мкг;

$S_{ст}$ – площадь пика стандартного раствора введенного в хроматограф, $мм^2$;

$S_{пр}$ – площадь пика томилона в анализируемой пробе, $мм^2$;

V_2 – общий объем рабочего раствора, мл;

V_1 – объем аликвоты, введенного в хроматограф, мл;

P – навеска анализируемой пробы (г) или (мл).

Содержание томилона при ТСХ расчитывается по формуле.

$$X=\frac{g}{P}$$, где:

X – содержание томилона в пробе, мг/кг, мг/мл;

g – содержание препарата найденное путем визуального сравнения;

P – навеска исследуемой пробы в мг или объем воды.

3. Требования безопасности

Соблюдать все требования безопасности обычно рекомендуемые для работы с органическими растворителями и пестицидами.

4. Методические указания разработаны:

Чепкуновым А.Б, Шариповым И.М. – Узбекский НИИ санитарии, гигиены и профзаболеваний, г.Ташкент.

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