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 С С С Р

_ _ _ _ _ _ _ _ _ А.И.Заиченко
"12" мая 1989 г.
№ 2802-83

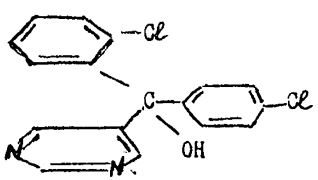
Временные методические указания по определению рубигана в яблоках и огурцах газохроматографическим методом

I. Краткая характеристика препарата

I.I. Рубиган

I.2. (2-хлорфенил)(4-хлорфенил)(пиримидил-5)карбинол

I.3.



$C_{17}H_{12}Cl_2N_2O$

Молек. масса 331,2

I.4. Фенаримол

I.5. В чистом виде белое кристаллическое вещество, т.пл.117-119°С
Растворимость в воде при 25°С 13,7 мг/л; в 100 мл других растворителей растворяется (г/100 мл) в ацетоне 25, в бензоле 12,5, в хлороформе 50, в циклогексане более 50.
В нейтральной среде препарат устойчив, с кислотами дает растворимые в воде соли.

Выпускается в виде 6% -ного с.п. и 12% -ного к.э.

$ЛД_{50}$ для крыс 390-400 мг/кг. Меры предосторожности-как со среднетоксичными пестицидами.

Малотоксичен для пчел и других насекомых.

Предложен в качестве системного фунгицида для борьбы с мучнистой росой и серой гнилью на виноградной лозе, яблоне, черной смородине, землянике, огурцах.

В герметичной таре препарат хранится длительное время.

2. Методика определения рубигана

2.1. Основные положения.

2.2.1Принцип метода.

Метод основан на извлечении рубигана из анализируемых проб ацетоном, очистке экстракта с помощью содержащего хлористый аммоний и фосфорную кислоту осаждающего реактива и перераспределении между двумя несмешивающимися растворителями с последующим определением газо-жидкостной хроматографией с электронозахватным детектором (ЭЗД).

2.1.2. Метрологическая характеристика метода.

Минимально детектируемое количество I нг

Нижний предел определения (чувствительность метода) 0,004 мг/кг

R размах варьирования (%) 82,9 - 97,7

$\bar{c}$ среднее значение определения (%) 90,I

S' стандартное отклонение (%) 4,96

Доверительный интервал среднего при p=0,95 и n=7 (%) $90,I \pm 4,6$

2.1.3. Избирательность метода.

Системные фунгициды беномил, ридомил, БМК и хурцат определению не мешают.

2.2. Реактивы и растворы.

Ацетон, ч.д.а., ГОСТ 2603-79

Хлороформ, ч.д.а., ГОСТ 3160-51

Циклогексан, ч., свежеперегнанный

Аммоний хлористый, х.ч., ГОСТ 3773-72

Ортофосфорная кислота, х.ч., ГОСТ 6552-80

Натрий сернокислый безводный, х.ч., ГОСТ 4166-76

Осаждающий реактив. 12,5 г аммония хлористого растворяют в дистиллированной воде, прибавляют 12,5 мл концентрированной ортофосфорной кислоты и смесь разбавляют водой до 500 мл.

Тальк медицинский или суперцел

Гелий или азот особой чистоты

Стандартные растворы чистого рубигана в циклогексане с концентрацией 1; 2; 3; 4; 5; 6 мкг/мл

3% OV-17 на хромосорбе W-AW-DMCS (80-100 меш) или на газ-хроме Q (100-120 меш),

5% SE-30 + 1% XE-60 на хроматоне N-AW-DMCS (0,16-0,20 мм)

2.3. Приборы и посуда.

Хроматограф газовый Цвет-106 или аналогичный прибор с ЭЗД.

Гомогенизатор - размельчитель тканей

Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М

или другой прибор для отгонки растворителей под вакуумом.

Аппарат для встряхивания

Колбы конические со шлифами на 250 мл, ГОСТ 10394-72

Колбы мерные на 100 мл, ГОСТ 1770-74.

Воронки Бюхнера диаметром 70 мм, ГОСТ 9147-69.

Колбы Бунзена на 250 мл, ТУ 25-11-135-69.

Колбы круглодонные со шлифами на 250 мл, ГОСТ 10394-72

Стаканы химические термоустойчивые на 150 и 200 мл, ГОСТ 6236-72

Делительные воронки на 250 мл, ГОСТ 10054-75

Фильтры бумажные (синяя лента), ТУ 6-09-1678-77

Секундомер, ГОСТ 16820-71.

Микрошприцы на 10 мкл, тип МШ-10 ТУ 5Е2.833.024

2.4. Отбор и подготовка проб.

Пробу растительного образца измельчают на крупной терке из нержавеющей стали и отбирают среднюю пробу 50 г.

Отбор проб для анализа проводят в соответствии с утвержденными МЗ СССР "Методическими указаниями по отбору проб для определения остатков пестицидов" № 2051-79 от 21.08.79 г

2.5. Проведение определения.

2.5.1. Экстрагирование руоигана и очистка экстракта

Анализируемые навески помещают в конические колбы емкостью 250 мл, приливают 100 мл ацетона и смеси гомогенизируют погруженным гомогенизатором на большой скорости 2 минуты. Колбы закрывают пробками и механически встряхивают 1 час. Содержимое колб фильтруют на воронке Бюхнера с отсосом через плотный бумажный фильтр (синяя лента); колбы и осадки на фильтрах промывают ацетоном (2 х 20 мл). Фильтраты концентрируют на ротационном вакуум-испарителе при температуре не выше 40°С до объема примерно 30 мл.

Выпадающий при испарении осадок удаляют пропусканием концентрата через плотный бумажный фильтр на воронке Бюхнера, отгонную колбу и фильтр обмывают примерно 10 мл осаждающего реактива. Фильтраты переносят в стакан емкостью 150-200 мл, приливают 30 мл осаждающего реактива, смесь перемешивают стеклянной палочкой и стакан выдерживают 15-20 минут в морозильной камере холодильника. В охлажденную смесь при перемешивании засыпают 2 г талька или суперцела и содержимое стакана фильтруют через плотный бумажный фильтр на воронке Бюхнера с отсосом. Через фильтр пропускают 30 мл смеси (1:1) ацетон-осаждающий реактив, фильтрат переносят в делительную воронку емкостью 250 мл и экстрагируют трижды 40-мл порциями хлороформа с встряхиванием в течение 3 минут при каждой экстракции. Объединенный экстракт осушают фильтрованием через 10 г безводного сернокислого натрия, концентрируют досуха на роторном испарителе при температуре не выше 40°С, остаток растворяют в 5 мл циклогексана и раствор подвергают газо-жидкостной хроматографии.

2.5.2. Условия определения газо-жидкостной хроматографией.

Хроматограф Цвет-106 или другой модели с ЭЗД
Скорость протяжки ленты самописца 0,1 см/мин
Рабочая шкала электрометра $20 \cdot 10^{-12}$
Стеклянная колонка длиной 250 см и внутренним диаметром 4 мм, заполняется примерно 15 мл газ-хрома Q (100-220 меш) с 3% OV-17. Температур испарителя, колонки, ЭЗД соответственно 280, 255 и 280°С. Скорость гелия (или азота) 60 мл/мин. Время удерживания рубигана 1 мин 20 с , другие фунгициды выходят раньше.

В хроматограф вводят 2 мкл рабочего раствора. Линейность детектирования сохраняется в пределах 1-10 нг.

2.6. Обработка результатов анализа.

Количественное определение проводят методом соотношения со стандартом по высоте пиков. Содержание рубигана в анализируемой пробе вычисляют по формуле

$$C = \frac{H_{пр} \cdot C_{ст} \cdot У}{H_{ст} \cdot У_а \cdot Р} \text{ мг/кг, где:}$$

$H_{пр}$ - высота пика анализируемой пробы, мм

$H_{ст}$ - высота пика стандарта, мм

$C_{ст}$ - содержание рубигана в стандарте, нг

$У_а$ - объем вводимой в хроматограф аликвоты (2 мкл)

У - общий объем рабочего раствора (5 мл)

Р - навеска анализируемой пробы (50 г)

2.7. Альтернативная колонка для газо-жидкостной хроматографии.

Колонка стеклянная длиной 2 м с внутренним диаметром 3 мм, заполняется примерно 12 мл хроматона N-AW-DMCS (0,16 - 0,20 мм) с 5% SE-30 + 1% XE-60. Температура испарителя, колонки и детектора соответственно 280, 255 и 280°С.

Время удерживания рубигана 2 мин 45 с ; время удерживания беномила 34 с , ридомила 29 с при скорости газа-носителя 50 мл/мин.

3. Требования безопасности.

Общепринятые установленные требования техники безопасности при работе с ЛВЖ, вредными химическими веществами, электроприборами, сосудами под давлением и вакуумом.

4. Авторы - Жемчужин С.Г., Конова Н.Н., Карлова Л.В. Всесоюзный научно-исследовательский институт фитопатологии МСХ СССР, пос.Голицыно, Московская область.

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