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.

Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР
А.И.ЗАИЧЕНКО
"24" августа 1983 г.
№ 2834-83

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ РОДАНИДА НАТРИЯ В СЕМЕНАХ ПОДСОЛНЕЧНИКА И ВОДЕ МЕТОДОМ ХРОМАТОГРАФИИ В ТОНКОМ СЛОЕ.

I. Характеристика препарата.

$NaSCN$ М.м. 81,0.

Роданид натрия.

Синоним: дебос.

Белое кристаллическое вещество. Хорошо растворимо в воде, метаноле, этаноле и ацетоне.

$ЛД_{50}$ для животных 500- 1000 мг/кг.

ПДК в воде - 0,1 мг/л.

Рекомендован в качестве дефолианта для сельскохозяйственных культур. Норма расхода 8-16 кг/га / в пересчете на 100%-ный продукт /.

2. Методика определения роданида натрия

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Метод основан на извлечении роданида натрия из семян подсолнечника водой, упаривании экстракта досуха и определении методом тонкослойной хроматографии.

Проявляющий реагент : 4%-ный раствор хлорного железа в ацетоне.

2.I.2. Метрологическая характеристика метода.

Приведена в таблице I.

Таблица I.

Доверительная вероятность 0,95 , число параллельных определений n = 5.

Пластинка	Образец	Диапазон определяемых концентраций, мкг	Предел обнаружения, мг/кг, мг/л	Среднее значение,%	Стандартное отклонение,%	Доверительный интервал, ± %
КСК	семена подсолнечника	4-20	0,2	86	3,I	8,8
Силуфол УФ-254	вода	0,5- 5	0,005	89	5,8	7,2

2.2. Реактивы и растворы.

Ацетон, х.ч., ГОСТ 2603-79.

Вода дистиллированная.

Хлорное железо, ч., ГОСТ 4I47-65.

Силикагель КСК-2,5, ТУ 6-09-2528-72.

Гипс медицинский, ОСТ 2I-3-74.

Пластинки "силуфол" , ЧССР.

Роданистый натрий, х.ч.,

Стандартные растворы роданида натрия в ацетоне, содержащие

10 и 100 мкг в 1 мл / срок годности месяц /.
Бумага фильтровальная,
Проявляющий реагент : 4%-ный раствор хлорного железа в ацетоне. / Срок годности 10-12 дней /.

2.3. Приборы и посуда.

Весы аналитические ВЛР-200г и технические, ТУ 64-1-1065-73.
Аппарат для встряхивания, ТУ 64-1-1081-73.
Фарфоровые чашки.
Колбы конические на 100, 250 мл, ГОСТ 8613-75.
Воронки химические, ГОСТ 8613-75.
Мерные цилиндры на 50, 100 мл, ГОСТ 1770-74.
Микропипетки на 0,1 мл, ГОСТ 1770-74.
Пластинки стеклянные для хроматографирования размером 90х 120мм.
Камера для хроматографирования / эксикатор /, ГОСТ 10565-75.
Бани водяные, ТУ 46-22-608-75..
Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 10391-74.

2.4. Подготовка к определению.

2.4.1. Приготовление пластинок.

10 г силикагеля КСК-2,5 и 1 г гипса смешивают в стеклянном стаканчике, приливают 18 мл дистиллированной воды и тщательно перемешивают в течение 15 минут. Смесь наносят на три стеклянные пластинки размером 9 х 12 см. Сушат на воздухе 14-16 часов.

2.4.2. Отбор проб.

Пробы для анализа отбираются в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов", утвержденными Зам.Главного Государственного санитарного врача СССР за № 2051-79г., 21.08.79г.

2.5.Проведение определения.

2.5.I. Определение роданида натрия в воде.

Для анализа берут I00 мл воды, упаривают в фарфоровой чашке на водяной бане, не допуская разбрызгивания. Сухой остаток смывают несколькими порциями ацетона / трижды по 0,2-0,5 мл/ и наносят на , пластинку на расстоянии I,5 см от нижнего края. Диаметр пятна не должен превышать 0,5-0,8 см. На эту же пластинку наносят стандартные растворы, содержащие 0,5 и 5 мкг роданида натрия. Затем пластинку помещают в хроматографическую камеру с I0 мл подвижной фазы, (ацетон) Пластинка должна погружаться в подвижную фазу примерно на 0,5 см.Когда растворитель поднимется на высоту I0 см, пластинку вынимают, сушат на воздухе и проявляют, опрыскивая из пульверизатора 4%-ным раствором хлорного железа в ацетоне. На одну пластинку расходуется ≃ I мл реагента. Роданистый натрий сразу же проявляется в виде ярко оранжевых пятен на белом фоне.

2.5.2. Определение роданида натрия в семенах подсолнечника.

Навеску семян 20 г помещают в коническую колбу, заливают I00 мл дистиллированной воды и встряхивают в течение 20 минут. Затем отделяют семена фильтрованием через бумажный фильтр, промывают небольшим количеством / 5-I0 мл / воды. Фильтрат переносят в фарфоровую чашку и осторожно упаривают на водяной бане досуха. Остаток смывают небольшими порциями ацетона / трижды по 0,5 мл / и наносят на пластинку с КСК. На эту же пластинку наносят 4 и 20 мкг стандартного раствора роданистого натрия.

Операции проводят аналогично выше описанному определению роданида натрия в воде. На одну пластинку расходуется ≃ 5 мл проявляющего реактива.

2.6. Обработка результатов анализа.

Количественное определение роданида натрия проводят путем сравнения интенсивности окраски и площадей пятен пробы и стандартных растворов или по величине площади пятен по формуле

$$A = A_2 - \frac{A_2 - A_1}{S_2 - S_1} / S_2 - S_1 /$$, где:

A, S - количество препарата / мкг / и площадь / мм^2 / пятна определяемого вещества;

A_1, A_2, S_1 и S_2 - количество препарата / мкг / и площадь пятна / мм^2 / стандартных растворов с явно большим и явно меньшим содержанием вещества по сравнению с анализируемой пробой. Величину площади пятен определяют, накладывая на пластинку прозрачную бумагу или кальку. Очерчивают контур пятен, переносят его на миллиметровку и подсчитывают число квадратных миллиметров, входящих в контур.

Содержание роданида натрия в мг/кг или мг/л вычисляют по формуле

$$X = \frac{A}{P}$$, где:

X- содержание препарата в мг/кг или мг/л;

A- содержание препарата в пробе, мг;

P- масса исследуемой пробы, кг.

2.7. Требования безопасности.

Меры предосторожности - как со среднетоксичными пестицидами.

3. Разработчики

Бублик Л.И.,Федоренко Н.В.,УкрНИИЗР, г.Киев

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