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.

N 2793-83

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

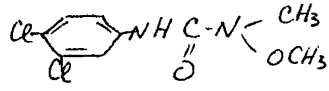
по определению линурона и лиронниона в луке зеленом, репчатом методом тонкослойной хроматографии

I. Краткая характеристика препарата

Линурон

N' - (3,4 дихлорфенил)-N - метокси - N - метилмочевина.

Структурная формула



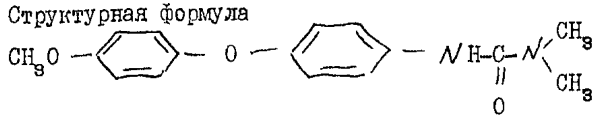
М.м. 249,1

Форма препарата: 50% смачиваемый порошок. Химически чистое вещество представляет собой твердое вещество. Т пл 93-94°С, плохо растворимо в воде (75мг на I л), но хорошо растворимо в органических растворителях. Препарат мало токсичен для теплокровных животных ($ЛД_{50}$ для крыс 2170-2400 мг на I кг).

Лиронион

N - 4 - (4-метоксифенокси) - фенил - N', N'- диметилмочевина

Структурная формула



М.м. 286,0

Химически чистое вещество представляет собой белые кристаллы без запаха. Т пл. I36–I38°С. Растворимость в воде 0,02%. Хорошо растворим в ацетоне, этаноле, хлороформе ($ЛД_{50}$ для крыс I250 мг на I кг).

2. Методика определения

2.I. Основные положения

2.I.I. Принцип метода

Метод основан на извлечении гербицида из анализируемой пробы органическим растворителем, гидролитическом разложении экстракта и последующим определением методом тонкослойной хроматографии.

2.I.2. Метрологическая характеристика метода

Диапазон линейной зависимости размера и яркости пятна от количества линурона или лирниона, содержащегося в пробе – 0,5–I0 мкг. Метрологическая характеристика метода представлена в таблице 2.I.

Таблица 2.I.

Метрологическая характеристика метода

!	Линурон	! Лирнион
Предел обнаружения, мг/кг	0,02	0,02
Число параллельных определений	7	7
Размах варьирования, %	68–83	62–78
Среднее значение определения,%	75	7I
Стандартное отклонение, %	5,I	6,0
Относительное стандартное отклонение, %	6,8	8,5
Доверительный интервал, % при P = 0,95, n.= 7	75± 4,7	7I± 5,5

2.I.3. Избирательность метода

Возможно раздельное определение остатков гербицидов-производных мочевины - линурона, арезина, монурона, солана, лирониона (дифеноксурона) при их совместном присутствии.

2.2. Реактивы и растворы

Н - гексан, ч, ТУ 6-09-3375-78
Ксилол ,ч, ТУ 6-09-3825-78

Натрий азотистокислый, хч. ГОСТ 4I97-74

I - нафтол. ,ч, ГОСТ 5838-79
Гидроксид натрия, хч. ГОСТ 4328-77
Соляная кислота, хч. ГОСТ 3II8-77.
Кислота орто-фосфорная, хч, ГОСТ 6552-80

Основной стандартный раствор: I0 мг линурона (Х.Ч.) (или лирониона), растворяют в мерной колбе на I00 мл в гексане и доводят до метки гексаном. Раствор соответствует концентрации I00 мкг/мл.

Рабочий стандартный раствор: I0 мл основного стандартного раствора вносят в мерную колбу на I00 мл и доводят до метки гексаном.

Хранят в склянках с пришлифованными пробками на холоду. Срок хранения - 2 месяца.

Проявляющий реактив № I.

К смеси 40 мл воды и 4 мл концентрированной HCI пл I,I9г/см^3 прибавляют I г нитрита натрия.

Проявляющий реактив № 2.

К раствору 2,8г N а OH в 50 мл воды добавляют 0,Iг I-нафтола.

Проявляющие реактивы применяют свежеприготовленными.

2.3. Приборы и посуда.

Ротационный испаритель ИР-IМ, ТУ 25-II-9I7-74
Мерные колбы на I00мл, ГОСТ I770-74
Делительные воронки, ГОСТ 86I3-75
Водяная баня, ТУ 46-22-603-75
Микропипетки, ГОСТ 2С 292-74
Круглодонные колбы на 50 мл, ГОСТ I0394-72
Колбы конические со шлифом на I00, ГОСТ I0394-72

Фильтры бумажные, ТУ 6-09-I678-77
Цилиндры мерные, ГОСТ I770-74
Капилляры стеклянные
Прибор для отгонки амина (рис.I)
Микрокомпрессор МК-Л

2.4. Отбор, хранение и доставка проб.

2.4.I. 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 2I.08.79г. за № 205I-79.

Пробу лука I00-200г очищают, доводят до пищевого вида, измельчают ножом или на мясорубке и отбирают среднюю пробу 25-50г.

2.5. Проведение определения.

2.5.I. Экстракция препарата и очистка экстракта. Пробу лука 25-50г заливают 25-50 мл гексана на ночь в колбы на I00мл с пришлифованной пробкой.

Одновременно заливают пробы контрольного лука, в которые вносят по 0,I мл рабочего стандартного раствора, что соответствует внесению I мкг препарата в контрольную пробу.

Полученный экстракт отделяют от луковых веществ и воды фильтрованием через б/в сульфат натрия (5г) и переносят в реакционную колбу прибора (рис.I), заполненную 20% щелочью 50 мл.

При слабом нагреве, не доводя до бурного кипения, проводят отгонку гексана. Собранный гексан отбрасывают. Устанавливают расход воздуха 20-40 л/час.

. Включают максимальный нагрев и собирают конденсат в течение 2-3 часов до получения 200 мл конденсата в приемнике.

Содержимое приемника переносят в делительную воронку и извлекают амин гексаном трехкратным взбалтыванием порциями по 20 мл гексана. Всего 60мл гексана. Гексан просушивают фильтрованием через б/в сульфат натрия (5г). Упаривают в грушевидной колбе на ротационном испарителе до 0,5мл. Аналогично обрабатывается контрольная проба.

В случае отсутствия прибора может быть использован более трудоемкий способ очистки через многократную экстракцию. Для этого полученный экстракт отделяют от лука фильтрацией через безводный сульфат натрия 5г в круглодонную колбу на 100мл.К пробе добавляют 10 мл 5% фосфорной кислоты и помещают колбу в кипящую водяную баню. Первое время отгоняют гексан в приемник, а потом ведут гидролитическое разложение пробы в течение 20 мин. Гидролизованную пробу количественно переносят в делительную воронку на 100 мл, доводя объем до 30-50 мл.

Кислый гидролизат взбалтывают три раза с 10-15 мл н-гексана. Гексан отбрасывают. Гидролизат нейтрализуют 2-3 мл 30% щелочи до pH 10 и промывают три раза по 10-15 мл гексана. Объединенную гексановую фракцию промывают три раза по 10-15 мл 1% HCl с последующей нейтрализацией и переводом искомого вещества в гексан. Объединенную гексановую фракцию промывают три раза по 10-15 мл 1% HCl с последующей нейтрализацией и переводом искомого вещества в гексан. Объединенную гексановую фракцию обезвоживают сульфатом натрия, упаривают на роторном испарителе до 0,5мл.

2.5.2. Хроматографирование

Содержимое колбы 0,5мл количественно переносят микропипеткой или стеклянным капилляром на пластинку. На эту же пластинку наносят контрольную пробу содержащую внесенный стандартный раствор.

Хроматограмму развивают в ксилоле и подсушивают при слабом нагреве - 50-70°.

Проявляющие реактивы наносят капилляром по 0,05мл. Вначале реактив № 1 и спустя 10-20 сек. реактив № 2.

В случае наличия препарата проявляется красно-малиновое пятно диазосоединения.

2.6. Обработка результатов анализа.

Количественную оценку содержания остаточных количеств производят путем визуального сравнения интенсивности окраски и величины пятен пробы и стандартного раствора. Содержание препарата в пробе (X) в мг/кг рассчитывают по формуле

$$X = \frac{A}{B}$$, где:

A- количество гербицида, найденное путем визуального сравнения, мкг;
B- вес исследуемой пробы, г.

2.7. Описание прибора для отгонки амина с парами воды в токе воздуха. (Рис.I.)

Реакционная колба (I), где происходит гидролиз гербицида и отгонка амина с парами воды. В колбе поддерживается постоянный объем реакционной смеси 50мл. Колба имеет наружный нагреватель мощностью 50 вт, изготовленный из нихромовой проволоки диаметром 0,5 мм, длиной 1м. Нагреватель подключается к трансформатору напряжением 18–20в.

Колба представляет собой широкогорлую пробирку диаметром 30 мм. В дно колбы впаяна изогнутая трубка диаметром 6–8 мм, по которой осуществляется непрерывная подпитка водой, поступающей из воронки с капиллярным носиком.

В верхней части имеется сужение (2) для ввода трубки подачи воздуха (5) и боковой отвод (3) для присоединения холодильника (4). Воронка с капиллярным окончанием (6) способствует уменьшению колебаний объема реакционной смеси.

Соблюдение размеров, указанных на рис.I снижает вероятность попадания брызг раствора в холодильник. Для подачи воздуха используется мембранный насос, напр., микрокомпрессор для аквариума МК–Л или устройство на основе водоструйного насоса. (рис.2).

2.8. Требования безопасности.

Соблюдать требования безопасности обычно рекомендуемые для работы с органическими и неорганическими веществами.

2.9. Разработчики.

Примак А.П, Криволуцкий К.В, Бирюкова Н.Ф, ВНИИССОК

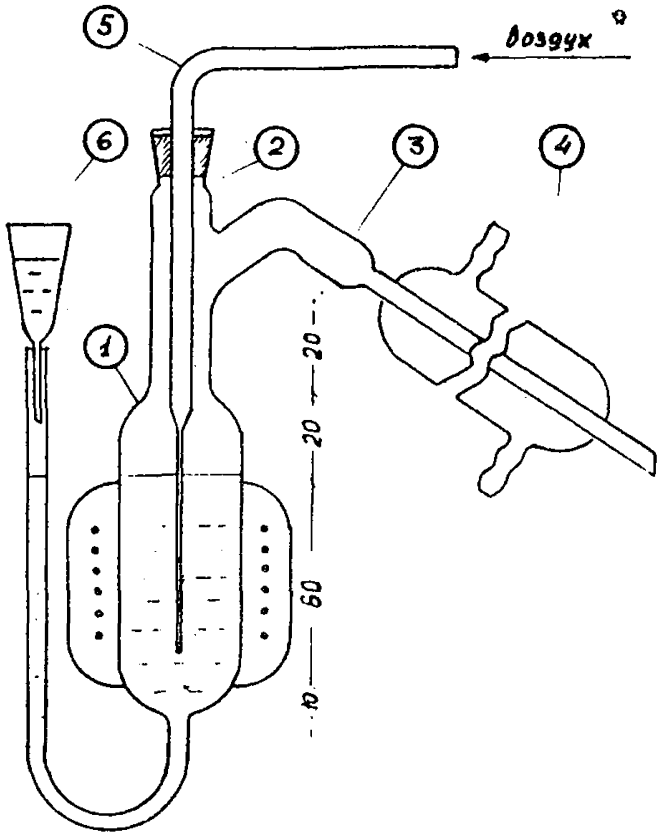


Рис. 1

Прибор для отгонки аминов

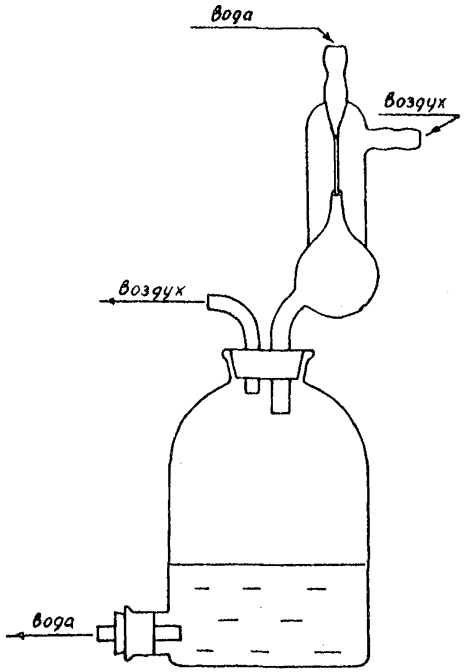


Рис. 2
Устройство для подачи воздуха

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