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

"28 " декабря 1982 г.

№ 2652-82.

Методические указания по определению ТИОДАНА в растительных маслах методом газо-жидкостной хроматографии.

I. Краткая характеристика препарата

Физико-химические свойства тиодана и продуктов его превращения изложены в сборнике "Методы определения микроколичеств пестицидов в продуктах питания, кормах и внешней среде", ч.Х., стр. IO-II. МДУ в хлопковом масле 0,05 мг/кг.

2. Методика определения тиодана

2.I. Основные положения

2.I.I. П р и н ц и п метода.

Метод основан на экстракции тиодана из растительного масла н-гексаном (жидким или парами) и последующей колоночной очистке полученных экстрактов. Идентификация и количественное определение проводится с помощью метода газо-жидкостной хроматографии. Среднее значение определения 70-75%.

2.2. Р е а к т и в ы и р а с т в о р ы.

н-гексан, х.ч, перегнанный дважды; ТУ 6-09-3375-78
диэтиловый эфир, ч., перегнанный;
кислота серная, х.ч., уд.вес I,84; ГОСТ 4204-77
натрий сернокислый,х.ч.,безводный; ГОСТ 4I66-76
смесь диэтилового эфира с н-гексаном I5:85;
кремний окись для люминофоров, ч.,растирают в ступке;
стекловата,очищенная концентрированной серной кислотой и промытая дистилированной водой, высушенная;
стандартные растворы тиодана в н-гексане 0,04 мкг/мл и 0,I мкг/мл;
газ-носитель - азот особой чистоты; ГОСТ 9293-74
твердый носитель - хроматон N AW-ДМСS, 80-I00 меш с 5% неподвижной фазы - метилсилоксан Е-30.

Для приготовления насыщенного раствора безводного сернокислого натрия в серной кислоте навеску 100 г безводного сернокислого натрия растворяют в 1 л серной кислоты.

Для приготовления окиси кремния помещают в фарфоровую ступку и при растирании заливают одной объемной частью серной кислоты. Пропитку кислотой производят непосредственно перед употреблением.

Приготовление хроматографической колонки для анализа растительного масла: 1 см. стекловаты, нижний сухой слой окиси кремния 6 см., верхний слой окиси кремния, пропитанный серной кислотой 3 см.

При заполнении колонки каждый слой последовательно промывают гексаном (всего 20-30 мл).

2.3. П р и б о р ы и п о с у д а

хроматограф "Цвет-5" (или другой марки) с детектором по захвату электронов,

колонка хроматографическая стеклянная длиной 1 с и внутренним диаметром 3 мм,

микрошприц на 1 мкл,
ротационный испаритель ИР-1, ТУ 25-11-917-74
термостатируемый экстрактор (см.схему),
термометры контактные,
колонки стеклянные хроматографические, диаметр 15 мм, высота 150 мм,

колбы круглодонные на 100 и 250 мл, ГОСТ 10394-72
воронки химические, ГОСТ 8613-75
цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74
пикнометры на 5 мл и 10 мл,
пипетки на 5 мл и 1 мл, ГОСТ 1770-74
шприцы медицинские на 1 мл;

2.4. Отбор проб и подготовка к определению

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 № 2051-79 от 21 08 79г.

2.5. Проведение определения

2.5.1. Экстракция и очистка экстрактов.

Из тщательно перемешанного растительного масла отбирают медицинским шприцом 2,5 мл , переносят в пикнометр на 5 мл., доводят объем до 5 мл н-гексаном в пикнометре и энергично перемешивают. I мл исследуемого раствора медицинским шприцом на I мл медленно вводят через инжектор в термостатируемый экстрактор, нагретый до 245° С, при одновременном поступлении в него паров гексана. Одновременно, в место ввода пробы в ту же экстракционную трубку подаются пары гексана со скоростью 2 мл/мин (в пересчете на жидкость). Выходящие из экстракционной трубки пары конденсируются в приемнике, охлаждаемом льдом, предварительно заполненном на 1/3 объема н-гексаном. Экстракция длится 16 минут, после чего полученный конденсат (около 100 мл), собранный в круглодонной колбе, концентрируют на ротационном испарителе до объема 30 мл, пропускают через колонку(см.приготовление колонки),которую затем промывают с помощью 50 мл смеси н-гексана и диэтилового эфира.

Из очищенного экстракта растворитель досуха отгоняют на ротационном испарителе. После этого в отгонную колбу немедленно пипеткой вводят I мл н-гексана, распределяя его тонкой пленкой по поверхности колбы, начиная от ее горлышка.

2.5.2. Идентификация и количественное определение.

5 мкл полученного раствора вводят в инжектор газового хроматографа.

Условия хроматографирования

Стеклянная хроматографическая колонка I м х 3 мм
Носитель - хроматон № AW-ДМСS ,пропитанный 5% SE-30, 80-100 меш.

Температурные режимы: испарителя- 240°С; колонки-200°С; детектора - 250°С.

Скорость газа-носителя - 80 мл/мин.
Рабочая шкала электрометра - 2,5. IO A^{-II}

Напряжение, подаваемое на детекторную систему - I20 в.
Скорость протяжки ленты IO мм/мин.
Времена удерживания при данных условиях хроматографирования:

α - тиодана - 2' 24"
β - тиодана - 3' I5"

2.6. Обработка результатов анализа.
Количество препарата вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot S_2 \cdot V_2}{S_1 \cdot V_1 \cdot P}, \quad \text{или} \quad X = \frac{C \cdot H_2 \cdot V_2}{H_1 \cdot V_1 \cdot P}$$

где: X - количество препарата, мг/л или мг/кг;
C - количество препарата в стандартном растворе, введенном в хроматограф, мкг;
S_1 - площадь пика стандартного раствора препарата, введенного в хроматограф, $мм^2$;
H_1 - высота пика стандартного раствора, введенного в хроматограф, мм;
S_2 - площадь пика препарата в пробе, $мм^2$;
H_2 - высота пика препарата в пробе, мм;
V_1 - объем экстракта, введенного в хроматограф, мкл;
V_2 - общий объем экстракта после упаривания, мл;
P - масса или объем анализируемой пробы, мл. или г.

Метрологическая характеристика метода :

Минимально детектируемое количество в хроматографируемом объеме (5 мкл):

α -тиодан- 0,I нг; β- тиодан - 0,2 нг.
Линейность детектирования соблюдается в пределах от 0,I-5,0 нг.

Чувствительность метода :
α -тиодан - $I \cdot IO^{-2}$ мг/л; β -тиодан - $2 \cdot IO^{-2}$ мг/л.

3. Методические указания подготовлены Беловой А.Б., Новиковой Л.В., Лужниковой Г.А. (ВНИИ жиров, г.Ленинград).

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