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
"24 " августа 1983 г.
№ 2828-83

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ТИОДАНА И ПРОДУКТОВ ЕГО ПРЕВРАЩЕНИЯ В МЯСЕ, ОРГАНАХ И ТКАНЯХ ЖИВОТНЫХ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ

I. Краткая характеристика препарата

Краткая характеристика тиодана и продуктов его превращения / тиоданосульфат, тиодандиол, эфиртиодан, гидроксиэфиртиодан, лактонтиодан / приведены в " Методических указаниях по определению тиодана и продуктов его превращения в растительном материале и почве хроматографическими методами", опубликованных в сборнике "Методические указания по определению микроколичеств пестицидов в продуктах питания ,кормах и внешней среде", часть X,М.,1980,стр. 10 - 16.

2. Методика определения тиодана в мясе, органах и тканях животных.

2.1. Принцип метода.

Метод основан на хроматографическом определении тиодана в тонком слое пластинок " Силуфол " или газохроматографическом определении его после экстракции препарата из исследуемых образцов смесью этилового спирта с эфиром и хроматографической очистки экстрактов.

Хроматографическое определение проводится на пластинках "Силуфол" *UV* – 254, импрегнированном о-толидином.

Подвижным растворителем служит смесь гексана с эфиром и и уксусной кислотой.

Места локализации тиодана в виде двух его изомеров обнаруживают после облучения пластинок ультрафиолеовым светом

2.2. Метрологическая характеристика метода

Нижний предел определения тиодана методом ТСХ составляет I мкг, 0,I мг/кг,методом ГЖХ 0,002 мг/кг. Процент определения составляет 78 – 92 %.

2.3. Реактивы и растворы

Ацетон,хч, ГОСТ 2603 – 7I

Н-гексан,ч, МРТУ 6-09-2937-66

Бензол,хч, ГОСТ 5955-68

Петролейный эфир / температура кипения 40-70 /

Натрий сернокислй безводный,ч, ГОСТ 4I-46

Этиловый спирт, ректификат, ТУ 19-11-89-69

Этиловый эфир / для наркоза / Фармакопея СССР

О-толидин, ч, 6-09-6337-69, 0,1 % раствор в ацетоне

Уголь активированный, КАД-молотый, МРТУ 6-09-1049-64

Силикагель КСК

Пластинки " Силуфол" UV - 254, ЧССР

Хроматон N-AW-ДМЦС / 0,16 -0,20 мм / с 5 % SE-30 /ЧССР/

Азот особой чистоты, ГОСТ 9293-74

Стандартный образец тиодана, стандартный раствор тиодана, содержащий 10 мкг/мл препарата в н-гексане

2.4. Приборы и посуда

Вакуумно-ротационный испаритель, ТУ 25-11-917-74 или прибор для отгонки растворителей,

Воронки химические диаметром 6 см, ГОСТ 86-13-64

Пробирки градуированные со шлифом, 10 - 15 мл, / тип 1КШ /

Камера для хроматографирования, размером 150 х 200 мм, ГОСТ 10565-63

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74

Колбы нш, емк 100 и 250 мл, ГОСТ 10394-63

Колбы круглодонные нш, емк. 150, 250, 500 мл., ГОСТ 10394-63

Микропипетки, ГОСТ 1770-71

Пипетки или шприцы для нанесения проб, ГОСТ 1770-74

Пипетки емк. 1, 5, 10 мл, ГОСТ 1770-74

Микрошприцы, 10 мкл,

Прибор для встряхивания,

Стеклянные хроматографические колонки для очистки экстрактов, 150х 1,5 мм

Ртутно- кварцевая лампа для облучения УФ-светом

Цилиндры мерные емк. 25, 50, 100, 250 мл, ГОСТ 1770-71

Чашки выпарительные, №3, 4, ГОСТ 9147-69

Аппарат для встряхивания любого типа

Газовый хроматограф / серии "Цвет" или " Газохром" /, снабженный детекторами электронного захвата / ДЭЗ / или постоянной скорости рекомбинации /ДПР /

Колонки стеклянные для газовой хроматографии длиной 1 м, вн. диаметр 3 мм

Секундомер

Бумажные фильтры

2.5. Подготовка к определению.

Приготовление пластинок для хроматографии

Пластинки для хроматографии " Силуфол " UV - 254 перед использованием импрегнируют о-толидином. Для этого каждую пластинку опускают на 0,5 см в 0,1 % раствор о-толидина в ацетоне, налитый в камеру для хроматографирования. После того, как фронт растворителя поднимется до верхнего края пластинки, её вынимают и высушивают на воздухе, избегая прямого солнечного света. После этого пластинки готовы к употреблению, их можно хранить в эксикаторе.

Приготовление хроматографических колонок для очистки экстрактов.

В нижнюю часть хроматографической колонки помещают около 500 мг обезжиренной органическим растворителем и высушенной ваты и засыпают безводный сернокислый натрий / высота слоя 1 см /, а затем активированный уголь / высота слоя 2 см / и перед употреблением промывают небольшим количеством гексана.

2.6. Проведение определения

Мясо и мясопродукты. Мясо, мясопродукты пропускают через мясорубку. 10 г пробы помещают в колбу с притертой пробкой, пестициды экстрагируют дважды смесью этиловый спирт-диэтиловый эфир в соотношении 3 : 1 порциями по 50 мл в течение 1,5 час при встряхивании. Экстракт фильтруют через воронку с бумажным фильтром, заполненным на 2/3 безводным сернокислым натрием. Затем растворитель отгоняют, используя вакуумно-ротационный испаритель или прибор для отгонки растворителей. Сухой остаток растворяют в небольшом количестве смеси этилового спирта с эфиром в соотношении 2 : 1 и наносят его на стартовую линию пластинок " Силуфол " / без обработки их о-толидином / в виде полосы. Ещё раз смывают сосуд с сухим остатком 0,2 - 0,3 мл этого растворителя и количественно наносят его на ту же линию пластинки. Пластинку с нанесенной пробой помещают в камеру для хроматографирования, на дно которой предварительно наливают подвижный растворитель н-гексан - диэтиловый эфир - уксусная кислота в соотношении 85 : 15 : 2. Край пластинки может быть погружен в подвижный растворитель не более, чем на 0,5 см.

После того , как фронт растворителя поднимется на 10 см, пластинку вынимают из камеры и оставляют на несколько минут для испарения растворителя. Далее пластинку разрезают на небольшие полоски, опускают их в колбу и проводят экстрагирование пестицида н-гексаном, одновременно смывая тонкий слой с пластинок, дважды по 15-20 мл. Полученный экстракт фильтруют, концентрируют до 5 - 6 мл и пропускают через насадку хроматографической колонки. Тиодан и продукты его превращения элюируют из колонки 30 мл н-гексана, концентрируют ра-

створ под вакуумом до 5 – I0 мл и используют его для анализа методом ТСХ или ГЖХ.

2.6.I. Хроматографическое определение тиодана в тонком слое.

Для хроматографического определения отбирают аликвотную часть экстракта или весь экстракт, предварительно сконцентрировав его до объема 0,3 мл. На хроматографическую пластинку, импрегнированную о-толидином, шприцем или пипеткой наносят исследуемую пробу в одну точку так, чтобы диаметр пятна не превышал 2 см. Остаток экстракта в колбе смывают двумя порциями -/ по 0,2 мл / диэтилового эфира или гексана и наносят в центр первого пятна. Справа и слева от пробы на расстоянии 2 см наносят стандартные растворы, содержащие I и 5 мкг тиодана или другие, близкие к определяемым концентрации.

Пластинки с нанесенными растворами помещают в камеру для хроматографирования, на дно которой за 30 минут до хроматографирования наливают подвижный растворитель смесь н-гексана с этиловым спиртом в соотношении 3 : I. После того, как фронт растворителя поднимется на I0 см, пластинку вынимают из камеры и, спустя несколько мин, подвергают действию УФ – света, располагая пластинку на расстоянии 20 см от источника света.

При наличии тиодана на пластинке появляются пятна сине-голубого цвета. Тиодан обнаруживается в виде двух изомеров. R_f α-тиодана 0,I5; R_f β тиодана 0,40.

Содержание препарата в пробе вычисляют по формуле

$$X = \frac{A}{P}$$, где:

X – содержание препарата в пробе, мг/кг ;

А – количество препарата, найденное в пробе на пластинке, мкг;
Р – количество / масса / исследуемой пробы, г.

2.6.2. Проведение газо-хроматографического анализа

Условия определения : температура испарителя – 220^0; термостата детектора – 210^0; термостата колонок – 190^0. Скорость газа-носителя – 100 мл/мин. Шкала электрометра – $0{,}25 \cdot 10^{-10}$а. Время удерживания α– тиодана 3,2 мин, β – тиодана 4,3 мин.

Количественное определение проводят, сравнивая высоты или площади пиков исследуемых и стандартных растворов. В колонку хроматографа вводят 5 мкл раствора.

Содержание препаратов в исследуемом объеме вычисляют по формуле

$$X = \frac{H_2 \cdot У_I \cdot C_I \cdot У_3}{H_I \cdot У_2 \cdot Р}$$, где:

X – количество препарата, мг/кг;
C_I– концентрация стандартного раствора,мкг/мл;
H_I и H_2 – высоты пиков стандартного и анализируемого растворов, мм;
$У_I$ и $У_2$ – объемы стандартного и анализируемого растворов, введенные в колонку хроматографа, мкл;
$У_3$ – объем экстракта пробы для анализа, мл ;
Р – навеска пробы, г

3. Требования безопасности

Соблюдаются требования безопасности обычно рекомендуемые для работы с химическими реактивами и хлорорганическими пестицидами.

4. Настоящие методические рекомендации разработаны Поляковой В.Н. ВИЭВ, г Москва

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