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"

Зам.Главного Государственного
санитарного врача СССР

_____ А.И.ЗАИЧЕНКО

"I2" мая I983 г.

№ 2783-83

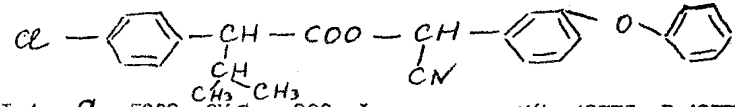
ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ СУМИЦИДИНА В КОРНЕКЛУБНЕПЛОДАХ, МОЛОКЕ, РАСТЕНИЯХ, ПОЧВЕ МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

I. КРАТКАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА ПРЕПАРАТА

I.I. Сумицидин.

I.2. α-циано-3-феноксибензил-2(4-хлорфенил)-3-метилбутират.

I.3. Структурная формула



I.4. S - 5602, ОМS - 200, фенвалерат, W/L -43775, Д-43675.

I.5. Химически чистое соединение - светло-желтая маслянистая жидкость; температура плавления 23°С. Растворяется в ацетоне, этиловом спирте, ксилоле, керосине.

Сумицидин относится к препаратам средней токсичности для теплокровных животных. $ЛД_{50}$ при оральном введении для крыс 451 мг/кг.

Используется 20%-ный концентрат эмульсии препарата.

2. МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУМИЦИДИНА

2.I. Основные положения.

2.2. Принцип метода.

Метод основан на извлечении сумицидина из почвы, зеленой травы, корнеклубнеплодов, тканей и молока животных бензолом, очистке экстрактов путем осаждения восков и жира вымораживанием

с дополнительной очисткой на колонках с силикагелем АСК. Количественное определение проводят на газовом хроматографе с детектором по захвату электронов.

2.I.2. Метрологическая характеристика метода

Минимально детектируемое количество - 0,2 нг

Нижний предел определения, мг/кг, мг/л

почва	- 0,020
растения	- 0,028
органы и ткани	- 0,025
молоко	- 0,025
корнеклубнеплоды	- 0,0I5

размах варьирования, %

почва	- 86-95
растения	- 87-96
органы и ткани	- 90-97
молоко	- 90-97,4
корнеклубнеплоды	- 92-95

среднее значение определения, %

почва	- 92,0
растения	- 9I,0
органа и ткани	- 93,3
молоко	- 94,5
корнеклубнеплоды	- 95,0

стандартное отклонение, %

почва	- 2,5
растения	- 3,73
органы и ткани	- 3,23
молоко	- 3,35
корнеклубнеплоды	- 2,I

Доверительный интервал среднего при P=95 n= 5

почва	- 92 ± 2,5
растения	- 9I ± 3,73

органы и ткани	- 93,3 ± 3,23
молоко	- 94,5 ± 3,35
корнеклубнеплоды	- 95,0 ± 2,I

2.I.3. Избирательность метода

Метод специфичен. Фосфорорганические и хлорорганические пестициды при данных условиях хроматографирования определению не мешают.

2.2. Реактивы и растворы

Бензол, ч.д.а., ГОСТ 5955-79
Н-гексан, х.ч., ТУ 6-09-3375-78
Ацетон, х ч., ГОСТ 2603-79
Натрий сернокислый, безводный, х.ч., ГОСТ 4166-76
Силикагель АСК
Насадка 5%-ная SE-30 на хроматоне-N-AW-DMCS
Стандартный раствор сумицидина в ацетоне с содержанием I мкг в I мл (срок хранения 6 месяцев в холодильнике)
Азот особой чистоты в баллонах, ГОСТ 9293-74

2.3. Посуда и приборы

Аппарат для встряхивания АВУ-I, ТУ 64-II08I-83
Фарфоровые выпарительные чашки
Воронки делительные ВД-3-25Р, ГОСТ 8613-75
Сушильный шкаф, ТУ I6-53I-299-7I
Колбы мерные на I00 мл, ГОСТ I770-74
Воронки химические, ГОСТ 8613-75
Микропипетки 0,I мл, 0,2 мл, ГОСТ 20292-74
Газовый хроматограф с детектором по захвату электронов
Микрошприц на I0 мкл МШ-I0
Колонка хроматографическая стеклянная длиной I000 мм и внутренним диаметром 3 мм
Колонка стеклянная для очистки экстрактов200хI5 мм
Вата гигроскопическая
Бумажные фильтры ,ТУ 6-09-I678-77
Холодильник любой марки.

2.4. Подготовка к определению

2.4.I. Подготовка колонки для очистки экстрактов

В стеклянную колонку помещают небольшой тампон гигроскопической ваты, затем I г сернокислого натрия (безводного), сверху насыпают 5 г силикагеля АСК. Силикагель АСК перед употреблением выдерживают в сушильном шкафу при t =I40°С в течение 4-х часов. Колонку предварительно промывают 50 мл гексана или бензола.

Подготовка хроматографической колонки

Стеклянную колонку длиной I000 мм с внутренним диаметром 3 мм, заполняют с помощью вакуумного насоса готовой набивкой SE-30 5%-ной на хроматоне N-AW-DMCS. Колонку кондиционируют при t =230°С и скорости азота, продуваемого через колонку, 75мл/мин.

2.4.2. Отбор и подготовка проб

Отбор проб производится в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб для определения микроколичеств пестицидов в сельскохозяйственной продукции, продуктах питания и объектах окружающей среды", утвержденными Заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР 2I.08.I979 г. № 205I-79.

2.5. Проведение определения

2.5.I. Экстракция сумицидина из проб

Пробу почвы, измельченной зеленой травы, картофеля, свеклы, тканей животных массой 20 г помещают в стеклянную колбу, заливают 50 мл бензола и встряхивают в течение I часа на аппарате для встряхивания. Колбу с экстрактами помещают в морозильную камеру бытового холодильника на I час. Затем экстракт фильтруют через вату в фарфоровую выпарительную чашку. Пробу дважды промывают I0 мл бензола и сливают через ту же вату в фарфоровую чашку. Экстракт упаривают в токе воздуха досуха.

Молоко. 20 мл молока помещают в коническую колбу, добавляют 2 г поваренной соли, 30 мл ацетона и встряхивают в течение 5 мин. Затем колбу помещают в морозильную камеру холодильника на 30–40 минут, после экстракт фильтруют через бумажный фильтр в делительную воронку. В воронку добавляют 20 мл хлороформа. Нижний слой из делительной воронки фильтруют через безводный сернокислый натрий в выпарительную чашку и упаривают в токе воздуха досуха.

2.5.2. Очистка экстракта. Сухой остаток в выпарительной чашке растворяют в 2 мл бензола и пипеткой осторожно наносят в колонку с силикагелем АСК. Дважды смывают фарфоровую чашку 2 мл бензола и переносят смывы на ту же колонку. Элюируют сумицидин из колонки 60 мл гексана в фарфоровую чашку. Гексан упаривают в токе воздуха досуха. Сухой остаток смывают дважды 1–2 мл бензола в мерную пробирку и доводят объем бензолом до 5 мл и аликвоту в количестве 2–3 мкл вводят в хроматограф.

2.5.3. Условия хроматографирования

Хроматограф "Газохром 3106 Э" или аналогичный прибор с детектором по захвату электронов.

Температурный режим колонки 250°С, испарителя 270°, детектора 250°С.

Скорость газа-носителя (азот) – 75 мл/мин.

Скорость протяжки ленты самописца – 200 мм/час.

Стеклянная хроматографическая колонка размером 1000х3 мм с насадкой SE-30 5%ной на хроматоне N-AW-DMCS

Линейность детектирования 0,5–10 нг.

Время удерживания 3 минуты.

2.6. Обработка результатов

Содержание препарата в пробе определяют методом соотношения со стандартом по высоте пиков по формуле

$$C = \frac{H_{рп} \cdot C_{ст} \cdot У}{H_{ст} \cdot У_а \cdot А}$$ мг/кг или мг/л, где:

$H_{рп}$ - высота пика анализируемой пробы, мм;

$H_{ст}$ - высота пика стандарта, мм;

$C_{ст}$ - содержание сумицидина в стандарте, нг;

У - объем конечного раствора, из которого отбирают аликвоту для хроматографирования, мл;

$У_а$ - объем аликвоты, вводимой в хроматограф, мкл;

А - навеска анализируемого образца, г.

3. Требования безопасности

Соблюдаются правила предосторожности, необходимые при работе с ядовитыми, взрывоопасными и легковоспламеняющими веществами.

4. Разработчики

Царегородцева Г.Н, Таланов Г.А, ВНИИВС, 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