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 XIУ-я

Москва - 1984

gost.e-ecolog.ru

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.

Методические указания согласованы и одобрены отделом перспективного планирования санэпидслужбы ИМПиТМ им. Марциновского Е.И. и лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

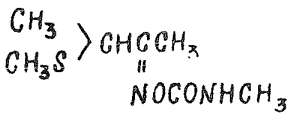
РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ :

Л.Г. Александрова, Д.В. Гиренко, А.А.Калинина (секретарь), М.А. Клисенко (председатель), Г.И. Короткова, Г.А. Хохолькова (зам. председателя), В.Е. Кривенчук.

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Главного Государственного санитарного врача СССР
_____ А.И.ЗАЙЧЕНКО
"12" мая 1983 г.
№ 2789-83

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
по хроматографическому определению бутокарбоксима в почве, воде и растительном материале.

I. Краткая характеристика препарата



М.м. 197,27

бутокарбоксим, дравин - 755 (О-(N-Метилкарбамоил)-2-метилтиобутанон-3-оксим)

Коричневая, вязкая жидкость с неприятным запахом, при низкой температуре-кристаллы. Т.пл. 32-37°С, хорошо растворим в большинстве органичеоких растворителей, растворимость в воде 1-2%. По данным УзНИИСГиПз препарат относится к III классу опасности-$ЛД_{50}$ для крыс 310 мг/кг. ПДК в воде 0,1 мг/л.

Бутокарбоксим - инсектицид и акарицид системного действия, применяется против растительноядных клещей, тлей, трипсов и кокцид в дозировках 1-1,5 и 2,5 кг/га на посевах хлопчатника,

2. Методика определения бутокарбоксима в почве, воде и растительном материале

2.I. Основные положения

2.I.I. Принцип метода

Методика основана на хроматографии бутокарбоксима в тонком слое силикагеля в системе гексан–бензол–ацетон или хлороформ–гексан–ацетон после экстракции его хлороформом и обнаружении зон локализации препарата:

а) раствором марганцевокислого калия с последующим нагреванием пластинки;

б) парами иода;

в) при облучении пластинки ультрафиолетовым светом с длиной волны 245 нм.

2.I.2. Метрологическая характеристика метода

Предел обнаружения в мкг – I мкг

Предел обнаружения в воде – 0,005 мг/л,

в почве – 0,02 мг/кг,

в растительном материале – 0,04 мг/кг

Среднее значение определения в воде – 9I%,

в почве – 86,3%,

в растительном материале – 87,2%

Доверительный интервал среднего при P=0,95 и n=5

в воде ± 4,7%,

в почве ± 8,8%

в растительном материале ± 9,I%

2.I.3. Избирательность метода – ГХЦГ, ДДТ, толуин, базудин,

антио и фосфамид определению не мешают.

2.2. Реактивы и материалы

Бутокарбоксим, х.ч., стандартный раствор, содержащий 100 мкг/мл хлороформа; 0,01 г бутокарбоксима доводят до метки хлороформом в мерной колбе на 100 мл, раствор устойчив 1 месяц, при условии хранения в холодильнике.

Хлороформ, х.ч., ГОСТ 215-74

Гексан, ч., ТУ 6-09-3375-73

Ацетон, х.ч., ГОСТ 2603-71

Бензол, х.ч., ГОСТ 5955-75

Калий марганцовокислый, ч.д.а., ГОСТ 490-75, 0,3% водный раствор

Иод кристаллический, ч.д.а., ГОСТ 4159-64

Натрий сернокислый, безводный, ч.д.а., ГОСТ 4166-76

2.3. Приборы, аппаратура, посуда

Камера для хроматографирования, ГОСТ 10565-63

Камера с парами иода (10-20 г. кристаллического иода смачиваются водой и помещаются на дно герметически закрытой камеры).

Аппарат для встряхивания, ТУ 6421-1081-73

Хроматографические пластинки "Силуфол - ИV-254" (Хемапол ЧССР)

Ротационный испаритель ИР-1, ТУ 25-11-917-74

Микрошприцы или микропипетки, ГОСТ 20292-74

Делительные воронки, ГОСТ 8613-75

Посуда лабораторная, ГОСТ 1770-74

Пульверизаторы стеклянные для обработки пластинок

Фильтры для тонких осадков

2.4. Отбор проб

Отбор проб должен проводиться в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов".

2.5. Подготовка к определению

ВОДА. Воду фильтруют от механических примесей и отбирают среднюю пробу 200 мл.

ПОЧВА. Средняя проба растирается в ступке и просеивается через сито 0,5-I мм. Из просеянной пробы берется на анализ 50 гр.

Растительный материал. Листья, отебли хлопчатника измельчают ножницами и отбирают для анализа 25 гр.

Хроматографические пластинки активируют в течении двух часов при I20-I30°С в сушильном шкафу, хранят в эксикаторе.

Систему подвижных растворителей готовят за 20 минут до хроматографии: а) гексан-бензол-ацетон, в соотношении I0:I:3

б) хлороформ-гексан-ацетон в соотношении 5:4:I

2.6. Проведение определения

2.6.I. ПОЧВА. 50 г воздушно-сухой почвы, измельченной, просеянной через сито с диаметром отверстий 0,5 мм, помещают в коническую колбу, увлажняют I0 мл воды, заливают 50 мл хлороформа, встряхивают на аппарате для встряхивания в течении I5 минут и фильтруют после отстаивания через плотный фильтр со слоем б/в сернокислого натрия (8-I0 гр), операцию повторяют дважды, обрабатывая почву по 50 мл хлороформа, экстракты объединяют и упаривают на водяной бане при 60°С или концентрируют с помощью вакуумного испарителя при 30°С до объема 0,2 мл.

2.6.2. ВОДА. 200 мл воды помещают в делительную воронку, трижды экстрагируют 50, 20, 10 мл хлороформа в течении 10 минут Экстракты объединяют, сушат 8-10 г б/в с рнокислого натрия в течении 10 минут и фильтруют через плотный бумажный фильтр, промывают фильтр 10 мл хлороформа и упаривают до объема 0,2 мл, как описано выше.

2.6.3. Растительный материал. Измельченную пробу помещают в коническую колбу заливают 50 мл хлороформа, встряхивают на аппарате для встряхивания в течении 10 мин и фильтруют через плотный фильтр со слоем б/в сернокислого натрия (8-10 г), операцию повторяют еще дважды, обрабатывая пробу 50 мл хлороформа. Экстракты объединяют и упаривают на водяной бане при 60°С или концентрируют с помощью вакуумного испарителя при 30°С до объема 0,2-0,3 мл.

2.7. Хроматографирование

На силуфоловую пластинку экстракт количественно наносят при помощи капиллярной пипетки так, чтобы диаметр пятна не превышал 1 см. Центр пятна должен быть на расстоянии 1,5 см от нижнего края пластинки. Колбочку с экстрактом 2-3 раза смывают небольшими (0,1-0,2 мл) порциями хлороформа и наносят в центр первого пятна. Справа и слева от пробы на расстоянии 2 см наносят стандартные растворы бутокарбоксима, содержащие 5, 10 или 20 мкг препарата.

Пластинку помещают в хроматографическую камеру, в которую за 20-30 минут до хроматографирования залита смесь растворителей: гексан-бензол-ацетон (10:1:3) или хлороформ-гексан-ацетон

(5:4:I). Смесь заливается в количестве, обеспечивающем погружение пластинки на 0,5 см.. После того как фронт растворителя поднимется на I0 см, пластинку вынимают и оставляют на I0-I5 мин на воздухе для испарения подвижного растворителя.

Затем пластинку обрабатывают одним из проявляющих реактивов:

а) 0,3% водным раствором марганцевокислого калия с последующим нагревом пластинки над электрической плиткой в течении I-2 минут; на розовом фоне проявляется желтое пятно бутокарбоксима с R_f =0,3 $\pm$ 0,05;

б) пластинку выдерживают несколько минут в камере с парами иода. Препарат проявляется в виде коричневых пятен на светлом фоне;

в) в УФ-свете при 254 нм бутокарбоксим проявляется на пластинке в виде серых флуоресцирующих пятен на зеленом фоне.

2.8. Обработка результатов анализа

Количественное определение бутокарбоксима проводят путем сравнения интенсивности окраски и измерения площади пятна пробы и того стандарта, площадь которого наиболее близка по величине и интенсивности к пятну пробы.

Концентрацию бутокарбоксима X в (мг/кг) или (мг/л) вычисляют по формуле $X=\frac{A}{P}$, где:

A - количество бутокарбоксима, найденное в анализируемой пробе, мкг;

P - навеска анализируемой пробы: почвы и растительного материала (в г), воды (в мл).

3. Требования безопасности

Соблюдаются общие правила по технике безопасности, необходимые при работе с химикатами, летучими органическими соединениями и пестицидами.

VII. Разработчики.

Методические указания подготовлены: Ахуновой Н.Ш., Чола В.Д., и Кур Д.А.

Узбекский НИИ санитарии, гигиены и профзаболеваний, г.Ташкент

С О Д Е Р Ж А Н И Е

I. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ:

	стр.
Агелона и ситрина	3
Актеллика и примипида	8
Алара	I3
Бензоилпропэтила и этилового эфира N-3,4- дихлорфенилаланина	I7
Беномила и БМК	22
Бентазона	30
Биоресметрина	35
Болстара	40
Бронокота	48
Бутилкаптакса	52
Бутокарбоксима	59
Гидрела	63
ГМК-Na	66
Даконила	70
Диазинона, эптама, гамма-изомера ГХЦГ, фенмедедифама, ленацила, фосфамида и пиразона	77
Дигидрела	89
Диквата	93
Зоокумарина	97
Карбофурана	I00
Крочетона	I04
Менида и 3-хлор-4-метиланилина	I08
Метазина и компонентов гербицидной смеси "карагард"	II3
Митака	II8
Офунака	I24
Пиктрана	I28
Ратиндана	I32
Раундана	I38
Ровраля	I43
Розалина	I48
Синтетических пиретроидов (амбуш, децис, рипкорд, сумицидин)	I54
Стомпа	I6I

стр.

Сумилекса 166
Томилона 173
Триморфамида 180
Фекама-трибуфона 186
Фталана 192
Препарата 242 и металлилхлорида (МХ) 200
Хостаквика 206
Эдила 210

II. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

Хлорорганические пестициды

Методические указания по определению остаточных количеств гексахлорана (линдана) в сушеном картофеле полярографическим методом 218

Фосфорорганические пестициды

Методические указания по определению дифоса (абата) в продуктах животного происхождения методом тонкослойной хроматографии 218

Методические указания по определению метафоса, фосфамида и хлорофоса в сушеных овощах и плодах (картофель, морковь, петрушка, яблоки, груши, слива) методами тонкослойной и газо-жидкостной хроматографии 223

Временные методические указания по определению метилнитрофоса, фенитрооксона и п-нитрокрезола в лесной растительности и почве тонкослойной хроматографией 241

Методические указания по определению трихлорметафоса-3 и его метаболитов в биоматериале методом газо-жидкостной хроматографии 252

Азотосодержащие пестициды

стр.

Методические указания по хроматографическому определению буторакбокоима в почве, воде и растительном материале 260

Методические указания по определению ,ІМК-Na, гидрела, дигидрела методом спектрофотометрии в воде, растительном материале (томаты, блоки, свекла). . 267

Временные методические указания по определению лонтрела в воде, почве и растениях методом газо-жидкостной хроматографии 275

Временные методические указания по определению паарлана методом газо-жидкостной хроматографии в почве, табаке и в табачном дыме 285

Временные методические указания по определению розалина в растительных объектах, воде и почве хромато-спектрофотометрическим методом 296

Методические указания по определению трефлана в воде, почве, томатах и капусте методом УФ-спектрофотометрии с использованием тонкослойной хроматографии 305

Методические указания по фотометрическому определению эдила в воде, растительном масле, семенах подсолнечника, траве 311

Методические указания по определению остаточных количеств цинеба в сушеных овощах и плодах фотометрическим методом 317

Биопрепараты

Временные методические указания по определению остаточных количеств препарата вирин-диприона на растительных объектах ИФ-методом 325

Временные методические указания по определению остаточных количеств биопрепарата вирин-КШ на растительных объектах иммуно-флюоресцентным методом. .331

gost.e-ecolog.ru