

ГОСКОМИССИЯ ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ,
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ ПРИ МИНСЕЛЬХОЗЕ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИ-
ЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШ-
НЕЙ СРЕДЕ

ЧАСТЬ XII-я

Москва - 1983

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

ЧАСТЬ XIII

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

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 био-препаратов 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 - М. А. Клисенко).

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

УТВЕРЖДАЮ:

Заместитель Главного Государственного
Санитарного врача СССР

Заченко А.И.

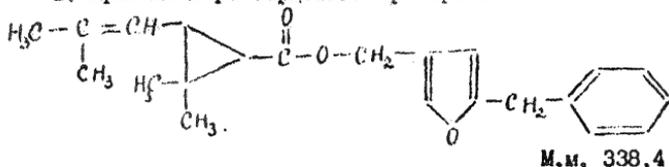
6 августа 1981г.

№ 2428-81

ВРЕМЕННЫЕ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ
ОПРЕДЕЛЕНИЮ ИЗАТРИНА В ПОЧВЕ И ВОДЕ.

I. Краткая характеристика препарата:



изатрин (ресметрин, бензилфурон, ...)

Действующее начало препарата - (\pm)-дио, трано-(2-бензилфурил-4-метил)хризантемат. . Полностью растворяется в 10% спирте с образованием бесцветной жидкости.

По внешнему виду воскоподобная масса, Т.пл. 43-48°C, Т.кип. 180°C, ослоненно-желтого цвета, с резким запахом нитрокраски. При смешивании с водой образуется эмульсия белого цвета, легко гидролизуеться при действии кислот и щелочей.

Препарат эффективен в малых дозировках (0,0025-0,01% действующего начала) в борьбе с широким рядом вредителей - инсектицид контактного действия. По данным УзНИИСТПз относится к классу умеренно-токсичных соединений - ЛД₅₀ для белых крыс при внутрижелудочном введении равна 840мг/кг, при ингаляционном - 3650 мг/м³.

2. Методика определения изатрина в почве и воде.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Методика основана на хроматографии изатрина в тонком слое силикагеля в системе: гексан-хлороформ-бензол, после экстракции хлороформом и очистки экстракта.

2.1.2. Метрологическая характеристика

Диапазон определяемых концентраций: 0,01-0,1мг/кг в почве, 0,005-0,1 мг/л в воде. Нижний предел обнаружения 1 мкг. Предел обнаружения в почве 0,01мг/кг, в воде 0,005мг/л.

Число параллельных определений 5.

Среднее значение определения (в %) в почве - 83%

в воде - 86,2%

Стандартное отклонение S'_n - 0,0025, S'_g - 0,00075

Относительное стандартное отклонение S'_n - 0,0625

S'_g - 0,0160

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

почва: для концентрации 0,02 мг/кг - 0,00129

0,05 мг/кг - 0,00313

0,1 мг/кг - 0,00426

вода: для концентрации 0,01 мг/л - 0,0005

0,05 мг/л - 0,0009

0,1 мг/л - 0,0013

2.1.3. Избирательность метода.

2.2. Реактивы и растворы

Изатрин, х.ч., стандартный раствор в хлороформе, содержащий 100 мкг/мл, готовят в мерной колбе из рабочего раствора. Рабочий раствор готовят следующим образом: в мерную колбу (25 или 50мл) со шлифом наливают 10-15 мл хлороформа, взвешивают, добавляют 1-2 капли изатрина, взвешивают и доводят объем до метки. По разнице весов между вторым и первым взвешиванием находят навеску пестицида, рассчитывают концентрацию его. Рабочие и стандартные растворы устойчивы в течение месяца при хранении в темном и прохладном месте.

Ацетон х.ч., ГОСТ 2603-79

Гексан ч., ТУ 6-09-3375-78

Хлороформ х.ч., ГОСТ 215-74

Бензол х.ч., ГОСТ 5955-75

Натрий сернистокислотный безводный, хч., ГОСТ 4166-76

Калий марганцовокислый, х.ч., ГОСТ 204890-75, 0,25% водный раствор.

Оксид алюминия: I Степени активности

Парапнтрофенол ч.д.а., МРТУ.6-09-6409-69

Медь сернокислотная х.ч., ГОСТ 4165-67

Калий роданистый ч.д.а., ГОСТ 4139-65

Кадмий иодистый, ч.д.а., ГОСТ 8421-57

Систему подвижных растворителей готовят за 20 минут до хроматографирования: а) гексан-бензол, в соотношении 1:1

б) гексан-хлороформ-бензол, в соотношении 1:2:1

Продолжающие реактивы должны быть свежеприготовленными:

а) 0,25% раствор марганцовокислого калия

б) 30% раствор сернокислой меди + 10% водный раствор роданистого калия в соотношении 1:1

в) 100 мл 5% раствора кадмия роданистого + 1 гр параинтрофенола.

2.3. Приборы и посуда.

Камера для хроматографии

Силуфоловые пластинки

Ротационный испаритель ИР-1

Хроматографическая колонка

Пульверизаторы стеклянные

Аппарат для встряхивания

Источник УФ-света

Посуда лабораторная по ГОСТ 1770-74

Фильтры для тонких осадков

Делительные воронки

Микрошпирцы или микрошпатель

2.4. Отбор, хранение и доставка проб.

2.4.1. Отбор проб производится в соответствии с унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов, утвержденными заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР от 21.08.1979 г. за № 2051-79.

2.5. Проведение определения.

2.5.1. Почва, 50 г. сухо-воздушной почвы, измельченной, просеянной через сито с диаметром отверстий 1 мм, помещают в коническую колбу, увлажняют 100 мл ацетона и встряхивают на аппарате для встряхивания в течение 15 минут, фильтруют после отстаивания через плотный фильтр со слоем б/в сернокислого (2-3 гр).

Экстракцию повторяют дважды порциями ацетона по 30 мл. Объединенные экстракты упаривают при 50°C до объема 5-10 мл и пропускают через хроматографическую колонку, заполненную окисью алюминия и безводным серноокислым натрием. Предварительно колонку промывают ацетоном. Элюируют изатрин из колонки 20 мл ацетона. Первые 5 мл элюата отбирают. Экстракт упаривают на водяной бане до объема 0,2-0,3 мл.

2.5.2 Вода. 200 мл воды помещают в делительную воронку, трижды экстрагируют 20 мл хлороформа в течение 20 минут. Экстракты объединяют, сушат в серноокислым натрием (10 г.) в течение 15 мин. Отгоняют растворитель на водяной бане до объема 0,2 - 0,3 мл.

2.6. ХРОМАТОГРАФИРОВАНИЕ

Экстракт количественно наносят на сидуфоловую пластинку микрошприцом 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 смывает небольшим порциями хлороформа и наносит в центр первого пятна. Справа и слева от пробы на расстоянии 2 см наносят стандартные растворы изатрина, 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 (1:1). После того как фронт растворителя поднимется на 10 см, пластинку вынимают и оставляют на 10-15 минут на воздухе для испарения подвижного растворителя. Пластинку обрабатывают 0,25% раствором марганцовокислого калия, на розовом фоне появляются желтые пятна с $R_f = 0,35 \pm 0,05$.

2.6.1. Альтернативные условия хроматографирования.

Пластинку помещают в систему подвижных растворителей:

гексан-хлороформ-бензол в соотношении 1:2:1, проявляют изатрин 30% раствором сернокислой меди + 10% водный раствор роданистого калия в соотношении 1:1, пластинку помещают в сушильный шкаф, нагретый до 110°, на 5-8 минут. Изатрин проявляется на пластинке в виде темно-коричневых пятен на фиолетовом фоне с $R_f = 0,78 + 0,01$.

При проявлении пластинки смесью (В) изатрин локализуется в виде темных пятен на бледно-фиолетовом фоне.

2.7. Обработка результатов анализа.

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

Концентрацию изатрина (X) в (мг/кг) или (мг/л) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{A}{P} \quad , \text{ где}$$

A - количество изатрина, найденное в анализируемой пробе, мкг

P - навеска анализируемой пробы: почвы (в г), воды (в мл)

3. Требования безопасности.

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

4. Авторы.

Методические указания подготовлены в УзНИИСГПЗ

Тарасовым В.В., Искандаровым Т.И. и Чола В.Д.

ПРИЛОЖЕНИЕ

Метрологическая характеристика метода определения
квартрина

Вносимая концентрация (мг/л, мг/кг)	% определения	σ	S	S'_2	$\Delta \bar{C}$
ВОДА					
0,01	78	0,0078	0,0004	0,0517	0,0005
0,05	93,6	0,047	0,00075	0,0160	0,0009
0,1	87	0,087	0,0034	0,0386	0,0043
ПОЧВА					
0,02	82	0,0164	0,00103	0,0627	0,00129
0,05	80	0,04	0,0025	0,0625	0,00313
0,1	87	0,087	0,0034	0,0386	0,00426

С О Д Е Р Ж А Н И Е

ХЛОРООРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

	Стр.
1. Временные методические указания по определению ХОП (ДДТ, ДДЭ, ДДД, -ГХЦГ) в рыбе и рыбной продукции методом газожидкостной хроматографии.	I
2. Методические указания по определению ХОП и симтриазиновых пестицидов при их совместном присутствии в почве с помощью ГЛХ.	12
3. Временные методические указания по определению остаточных количеств митрана в воде, сливах и яблочках методом ТСХ.	23

ФОСФОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

1. Методические указания по определению азота в воздухе рабочей зоны методами ГЛХ и ТСХ.	29
2. Временные методические указания по определению ботвы в ботве и клубнях картофеля, листьях и стеблях хлопчатника, капусте, почве и воде ТСХ и ГЛХ.	36
3. Методические указания по определению глифосата и его метаболита - аминометилфосфоновой кислоты методом хроматографии в воде, почве, растительном материале.	46
4. Методические указания по определению остаточных количеств дурсбана в воде, почве, лесной растительности и биосредах методом ТСХ.	54
5. Временные методические указания по определению каунтора в растениях сахарной свеклы и почве методом ТСХ.	61

6. Методические указания по определению метилмеркапто-
фоса в воде, почве, винограде и зеленой массе хме-
ля ГЖХ и ТСХ. 67
7. Временные методические указания по определению офу-
нака методами ГЖХ и ТСХ в почве, растениях, воде водое-
мов. 76
8. Временные методические указания по определению протио-
фоса в растительном материале, почве и воде методами
ГЖХ и ТСХ. 82
9. Временные методические указания по определению се-
лекрона в растительной продукции, почве и воде ТСХ
и ГЖХ. 91
10. Временные методические указания по определению хлоро-
фоса энзимно-хроматографическим методом в листьях
белладонны и траве мяты перечной. 98
11. Методические указания по определению в зерне и про-
дуктах его переработки ФОП, применяемых для обеззаражи-
вания зерна и зернохранилищ, хроматографическими мето-
дами. 105

АЗОТСОДЕРЖАЩИЕ ПЕСТИЦИДЫ

1. Методические указания по определению остаточных коли-
чества акрекса, диносеба, каратана, ДНОКа в воде, почве,
и растительном материале хроматографическими методами. 119
2. Временные методические указания по определению байгона
методом ГЖХ в молоке. 138
3. Временные методические указания по определению барнона
в воде, почве, растениях методом ГЖХ. 148

4. Методические указания по определению кронетона в воде, почве, корнеклубнеплодах и растительном материале ТСХ. 154
5. Временные методические указания по определению ридомила методом хроматографии в воде, почве, растительном материале. 160
6. Временные методические указания по определению роваля методом ТСХ в воде, почве, поматах, картофеле, винограде, виноградном соке и вине. 168
7. Временные методические указания ронилана в растительной продукции, почве и воде ТСХ и ГЭХ. 175
8. Временные методические указания по определению эвисекта в растительной продукции, почве и в воде ТСХ. 182
9. Временные методические указания по определению этиримола в растительной продукции, почве и воде ТСХ. 188

ПРОЧИЕ ПЕСТИЦИДЫ

1. Временные методические указания по определению геранилбутирата методом ГЭХ и ТСХ в почве, воде, корнеплодах и листьях сахарной свеклы. 195
2. Временные методические указания по определению бромпропилата(неорона) в яблоках и цитрусовых методом газовой хроматографии. 206
3. Временные методические указания по определению иллоксана в воде и почве методом ГЭХ. 211
4. Временные методические указания по хроматографическому определению изатрина в почве и воде. 217

- | | |
|---|-----|
| 5. Временные методические указания по определению омайта методами ГЖХ и ТСХ в почве, в воде и растениях. | 224 |
| 6. Методические указания по определению хлората магния в почве, воде, растениях (подсолнечнике, луке) и в воздухе полярографическим и хроматографическим (ТСХ) методами. | 230 |
| 7. Временные методические указания по определению остаточных количеств некоторых аналогов ювенильного гормона (алтосида, алтозара и п-бромфенилового эфира гераниола) в растениях картофеля и почве методами ТСХ и ГЖХ. | 247 |
| Дополнения | 258 |

Л- 71958 от 20. I. 83г Тираж 2000 экз., заказ № 1873

Типография ВАСХНИЛ