

**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.

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 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 д.б.н. М.А.Клисенко).

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

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

Л.Г.Александрова, Д.Б.Гиренко, **С.В.Донатко** (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

1. Краткая характеристика препарата

Краткая характеристика тиодана и продуктов его превращения / тиодавульфат, тиодандиол, эфиртиодан, гидроксизэфиртиодан, лактоэтиодан / 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 уксусной кислотой.

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

2.2. Метрологическая характеристика метода

Нижний предел определения тиодана методом ТСХ составляет 1 мкг, 0,1 мг/кг, методом ГХХ 0,002 мг/кг. Процент определения составляет 78 - 92 %.

2.3. Реактивы и растворы

Ацетон, хч, ГОСТ 2603 - 71

Н-гексан, ч, МРТУ 6-09-2937-66

Бензол, хч, ГОСТ 5955-68

Петролейный эфир / температура кипения 40-70 /

Натрий серноокислый безводный, ч, ГОСТ 41-46

Этиловый спирт, ректификат, ТУ 19-II-39-69

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" ЛУ - 254, ЧССР

Хроматон М-АУ-ДМС / 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-II-917-74 или прибор для отгонки растворителей,

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

Пробирки градуированные со шлифом, 10 - 15 мл, / тип НКДШ /

Камера для хроматографирования, размером 150 x 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,

150x 1,5 мм

Ртутно- кварцевая лампа для облучения УФ-светом

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

Чашки выпарительные, № 4, ГОСТ 9147-69

Аппарат для встряхивания любого типа

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

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" IV - 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 мясopодукты. Мясо, мясopодукты пропуская 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 сернистым 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 предвзвешенно 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 ^(фильтруют) экстракт 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 – 10 мл и используют его для анализа методом ТСХ или ГЖХ.

2.6.1. 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 1 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 : 1. После того, как фронт растворителя поднимется на 10 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. *α-тиодан* R_f 0,15; R_f β тиодана 0,40.

Содержание препарата в пробе вычисляют по формуле

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

X – содержание препарата в пробе, мг/кг ;

A — количество препарата, найденное в пробе на пластинке, мкг;
 P — количество / масса / исследуемой пробы, г.

2.6.2. Проведение газо-хроматографического анализа

Условия определения : температура испарителя — 220°; термостата детектора — 210°; термостата колонок — 190°. Скорость газаносителя — 100 мл/мин. Шкала электрометра — 0,25 · 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

$$X = \frac{H_2 \cdot Y_1 + C_1 \cdot Y_3}{H_1 \cdot Y_2 \cdot P}, \text{ где:}$$

X — количество препарата, мг/кг;

C₁ — концентрация стандартного раствора, мкг/мл;

H₁ и H₂ — высоты пиков стандартного и анализируемого растворов, мм;

Y₁ и Y₂ — объемы стандартного и анализируемого растворов, введенные в колонку хроматографа, мкл;

Y₃ — объем экстракта пробы для анализа, мл;

P — навеска пробы, г

φ. 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

ГАМОИДОРГАНИЧЕСКИЕ 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	14
4. Методические указания по определению остаточных количеств далапона в воде, почве, моркови, винограде и в хлопковых семенах тонкослойной хроматографией	19
5. Методические указания по определению ДД и ДДБ 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 пентадина методом газожидкостной хроматографии в семенах и зеленой массе люпина и люпина .	43
8. Временные методические указания по определению сумицидина в корневых клубнеплодах, 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

ФОСФОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

1. Методические указания по определению фосфорорганических пестицидов (дифос, ДДВФ, хостаквик, цианокс, циодрин) в почве хромато-энзимным методом 74

АЗОТСОДЕРЖАЩИЕ ПЕСТИЦИДЫ

1. Временные методические указания по определению бутылкап-такса 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 ^{ДР 40 ДРС} газожидкостной хроматографией 90
3. Временные методические указания по определению дефолианта дронпа 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 лигурона и лирониона 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 моче 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 рубигина 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 объектах 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 ташигарена в почве тонкослойной хроматографией 205
18. Временные методические указания по определению томилола в воде, почве и растительном материале методами тонкослойной и газожидкостной хроматографии 211
19. Временные методические указания по определению ФДН / КI, КI -диметил-КI-(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 феномедифама (бетанала) в воде, почве, сахарной свекле и биологических средах 244

ОЛОВООРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

- I. Временные методические указания по определению перофала в яблоках и почве методом тонкослойной хроматографии 257
2. Временные методические указания по определению действующего вещества препарата пликтран и его метаболитов (окись дихлоргексилолова, циклогексилолованная 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 № 1020

Типография ВАСХНИЛ