

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

А.И. ЗАЙЧЕНКО

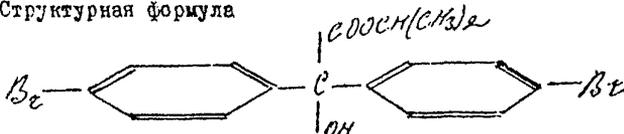
" 22 " октября 1981 г.
№ 2476-81

Временные методические указания
по определению бромпропилата /неорона/ в яблоках и
цитрусовых методом газовой хроматографии.

I. Краткая характеристика препарата.

Бромпропилат - /изопропиловый эфир 4,4-дибром бензиловой
кислоты/.

Структурная формула



Эмпирическая формула - $C_{17}H_{15}O_3 Br_2$.

Молекулярная масса - 428,12.

Синонимы: Неорон, А-2529, А-2443.ЖС 1985I

Физические и химические свойства. Технический продукт - твердое вещество кремового цвета. Давление паров - $5,5 \times 10^{-7}$ мм рт. ст. при $20^\circ C$. Плохо растворяется в воде, хорошо - в большинстве органических растворителей. Стабилен при высокой температуре. Нестоек в кислой и щелочной средах. Выпускается в форме 25-50% концентрат эмульсии и смачивающегося порошка.

Токсикологическая характеристика. Бромпропилат относится к малотоксичным соединениям. LD_{50} при введении его в желудок крысам - 1,5 - 5 г/кг.

Применяется в качестве инсекто-акарицида на хлопчатнике. Перспективен в качестве инсекто-акарицида в борьбе с вредителями садов, а также варроатозом пчел.

2. Методика газохроматографического определения бромпропилата /неорона/ в яблоках и цитрусовых.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Методика основана на газохроматографическом определении бромпропилата /неорона/ с детектором постоянной скорости реконбинации на колонке с 5% неподвижной фазы β Е-30 /или ДС-550/, после экстракции ацетоном и очистки экстракта путем осаждения примесей с помощью уксуснокислого свинца.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода.

Предел обнаружения - 0,02 мг/кг.

Диапазон определяемых концентраций - 0,2 - 50 мкг бромпропилата в анализируемой пробе.

Размах варьирования - 65 -92%.

Полнота определения /среднее значение/ - 78,0%.

Стандартное отклонение - 10,1%.

Относительное стандартное отклонение - 0,13.

Доварительный интервал - $78,0 \pm 4,5\%$.

2.1.3. Селективность метода.

ГХЦР, ДДТ /ДДЕ, ДДУ/, гептахлор, дилор, кельтан; ТХМ-3 и другие фосфорорганические пестициды определяют не мешают.

2.2. Реактивы и растворы.

Ацетон, чда, хч. ГОСТ 2603-79.

Гексан, ч. ТУ 6-09-3375-78.

Бензол, ч. ГОСТ 5955-75.

Натрий серноокислый безводный, ч. ГОСТ 4166-76.

Уксусная кислота /ледяная/. ГОСТ 18270-72.

Оксид алюминия, для хроматографии - 2 ст. активности.

ТУ 6-09-3916-75.

Силикагель КСК /или КСС/. ГОСТ 3956-76.

Свинец уксуснокислый /или свинец уксуснокислый основной/, ч.

ТУ 6-09-4140-75.

Натрий едкий, хч. ГОСТ 4323-77.

Хроматон *Анал. Д.И.С.* с 5% β Е-30 /или ДС-550/.

Вода дистиллированная. ГОСТ 6709-72.

Кислота соляная, ч. ГОСТ 3116-77.

Кислота азотная, ч. ГОСТ 4461-77,
10% водный раствор уксусной кислоты,
10% водный раствор едкого натрия.

20% водный раствор уксуснокислого свинца или 20% раствор основного уксуснокислого свинца в 5% уксусной кислоте /рН раствора путем добавления 10% раствора едкого натрия; доводят до 5,4-5,6./.

Стандартные растворы бромпропилата в гексане, содержащие 100 и 1 мкг препарата в 1 мл. /Хранят в холодильнике, пригодны в течение 3 и 1 месяца соответственно/.

2.3. Приборы и посуда.

Газовый хроматограф "Цвет-106" с детектором постоянной скорости рекомбинации. /Возможно использование другого типа хроматографа с аналогичным детектором/.

Аппарат для встряхивания.

рН-метр лабораторный.

Центрифуга /объем стаканов 80-100 мл/.

Посуда лабораторная / воронки делительные, воронки химические, стаканы химические, колбы конические со шлифом и притертой пробкой, чашки выпарительные, цилиндры мерные, пипетки/ по ГОСТ 29932-79Е.

2.4. Подготовка к определению.

2.4.1. Отбор, хранение и доставка проб.

Отбор, хранение и доставку проб производят в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб ...", утвержденными заместителем Главного Государственного Санитарного врача СССР А.И. Замченко за № 2051-79 от 21 августа 1979 г.

2.4.2. Подготовка силикагеля, используемого для очистки экстрактов.

Силикагель КСК /или КСС/ заливает на 20 часов соляной кислотой /1:1/, затем промывает водой и кипятит с разведенной азотной кислотой /1:1/ в течение 2-3 часов. Промывает горячей водопроводной водой, а затем дистиллированной водой до нейтральной реакции и удаления следов хлоридов /промывные воды контролирует азотнокислым серебром/. Промытый силикагель сушат при 140°C 6 часов, дробят и просеивают через сито 100 мш.

2.5. Проведение определения.

2.5.1. Экстракция препарата из анализируемой пробы.

10 г измельченной пробы заливают 30 мл ацетона и экстрагируют на аппарате для встряхивания 1 час или при периодическом перемешивании 16 часов. После этого экстракт отфильтровывают через слой белой ваты /50 мг/. Остаток в колбе промывают 15 мл ацетона.

2.5.2. Очистка экстракта.

К объединенному экстракту добавляют 20 мл дистиллированной воды и 1 мл 20% раствора уксуснокислого свинца. Пробу помещают в холодильник при $-5 - 0^{\circ}\text{C}$ на 1 час. Затем осадок отделяют центрифугированием при 3 тыс. оборотах в течение 3 минут. Надосадочную жидкость сливают в делительную воронку. При необходимости /имеются твердые частицы на поверхности/ её дополнительно фильтруют через воронку с ватным тампоном. В делительную воронку добавляют 10 мл 10% уксусной кислоты и 75 мл дистиллированной воды. Бромпропилат реактригируют из этой смеси 3 раза гексаном, используя каждый раз по 15 мл экстрагента. Объединенный экстракт промывают 15 мл 5% водного раствора ацетона и отфильтровывают гексаном через воронку со слоем безводного сернистого натрия в выпарительную чашку. /В суживающуюся часть воронки диаметром 5 см вводят тампон из белой ваты /50 мг/ и насыпают слой безводного сернистого натрия - 1,5 см. Перед употреблением воронку промывают 10 мл гексана/. После этого через воронку пропускают ещё 5 мл гексана.

В выпарительную чашку добавляют по 200 мг окиси алюминия и силикагеля. Гексан выпаривают под тягой вытяжного шкафа. Пестициды вымывают из сухого остатка в чашку 10 мл смеси состоящей из 3 частей бензола и 1 части гексана. Для этого к сухому остатку в чашку приливают 5 мл указанной смеси растворителей и перемешивают содержимое стеклянной палочкой. Надосадочную жидкость отфильтровывают через воронку со слоем безводного сернистого натрия в мерные пробирки. /В суживающуюся часть воронки диаметром 3 см помещают тампон из белой ваты /30 мг/ и насыпают слой безводного сернистого натрия - 0,75 см/. Остаток в чашке и фильтр промывают ещё 2 раза, используя каждый раз по 2,5 мл смеси бензола с гексаном.

2.5.3. Газохроматографический анализ.

Прибор подготавливают к работе в соответствии с техническими требованиями. Расход газа /азот особой чистоты/: на колонку - 40 мл, на продувку детектора - 80 мл в минуту. Колонка стеклянная, длина - 1 м, диаметр - 4 мм. Рабочая температура: термостата испарителя - 225°C, колонок - 220°C, детектора - 240°C. В испаритель вводят до 10 мкл стандартного раствора или испытуемого экстракта. При необходимости испытуемый экстракт концентрируют до 2 мл. Время удерживания бромпропилата - 12 минут.

2.6. Обработка результатов.

Для количественного определения бромпропилата в пробе используют следующую формулу:

$$X = \frac{\text{Упр.} \times \text{Ст} \times \text{Нпр.} \times 100}{\text{У вв.} \times \text{Нст.} \times \text{Мпр.} \times 78}$$

где: X - содержание бромпропилата в мг на 1 кг,

Упр. - конечный объем экстракта в мл.

Ст. - количество нг бромпропилата введенное со стандартным раствором.

Нст. - высота пика стандарта /см/.

У вв. - количество экстракта введенного в хроматограф / в мкл/.

Нпр. - высота пика испытуемой пробы /см/.

Мпр. - масса пробы в г, взятая для анализа.

$\frac{100}{78}$ - коэффициент для внесения поправки на потери репарата в процессе обработки пробы.

3. Требования безопасности.

Требования безопасности общие для работы с химическими реактивами.

Методические указания разработаны:

Малинин Олег Алексеевич - к.в.н., старший научный сотрудник лаборатории фармакологии с токсикологией УНИИЭВ, г. Харьков.

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 - аминокетилфосфоновой 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-
честв 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 рон-раля 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 омаита 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