

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.

2. Методика определения каунтера в растениях сахарной свеклы и почве методом тонкослойной хроматографии.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Предлагаемый метод основан на извлечении каунтера из исследуемой пробы хлороформом с последующим хроматографированием в тонком слое силикагеля. Подвижной фазой является смесь н-гексана с ацетоном в соотношении 10:1.

Для обнаружения каунтера пластинку спрыскивают растворами азотнокислого серебра и бромфенолового синего, фон обесцвечивают лимонной кислотой.

Количественное определение проводят путем сравнения интенсивности окраски и площади пятен проб и стандартных растворов на одной пластинке.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода.

Диапазон определяемых концентраций 5-70 мкг.

Нижний предел обнаружения 5 мкг в анализируемой пробе или 0,05 мкг/кг.

Среднее значение определения при $n = 5$ равно 80 процентов.

Доверительный интервал при $p = 0,95$ равен $80 \pm 8,3\%$.

2.2. Реактивы и растворы.

Хлороформ, х.ч., ГОСТ 20015-74

Ацетон, х.ч., ГОСТ 2605-79

н-Гексан, ч., ТУ-6-09-3375-78.

Натрий сернистый, безводный, ч.д.в., ГОСТ 4166-76.

Бромфеноловый синий инд., ч.д.в., ТУ-6-09-1058-76.

Азотнокислое серебро, ч.д.а., ГОСТ 1277-75.

Этиловый спирт, ТУ-6-09-1710-77.

Гипс медицинский, ОСТ- 21-8-74.

Оксид алюминия для хроматографии, ТУ-6-09-3916-75, нейтральная, II степени активности.

Силикатель марки КСК для хроматографии, ТУ-6-09-2523-72. Силикатель измельчают, просеивают через сито 100 меш. Хранят без доступа влаги.

Кислота лимонная, ГОСТ 908-79, 2,5%-ный раствор.

Стандартный раствор каунтера / 1 мг/мл /. № 1 - 0,025 г препарата / 99% / растворяют в ацетоне в мерной колбе на 25 мл. Срок хранения 1 месяц.

Стандартный раствор каунтера / 0,1 мг/мл / № 2 готовят разбавлением ацетоном раствора № 1 в 10 раз.

Проявляющие реагенты:

№ 1. 0,05%-ный раствор бромфенолового синего в 50%-ном этаноле. / 250 мг бромфенолового синего растворить в 500 мл 50%-ного этанола /.

№ 2. 1%-ный водный раствор азотнокислого серебра / 5 г азотнокислого серебра растворяют в дистиллированной воде и раствор разбавляют до 500 мл /.

Перед проявлением смешивают равные объемы / по 5 мл / проявляющих реактивов № 1 и № 2. Этим смесью опрыскивают пластинки.

Реактивы № 1 и № 2 хранят в склянках из темного стекла с притертыми пробками для предохранения от действия света.

Подвижный растворитель: смесь n-гексана и ацетона в соотношении 10:1.

2.3. Приборы и посуда.

Аппарат для встряхивания.

Колбы круглодонные.

Холодильник стеклянный для отгонки растворителя.

Ваня водяная.

Воронки химические, ГОСТ 8613-64.

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74.

Пульверизатор стеклянный.

Камера для хроматографирования / эксикатор/, ГОСТ 1065-63.

Капиллярные пипетки для нанесения проб.

Микрошприц.

Стеклоянные пластинки размером 9 x 12 и 18 x 18 см.

2.4. Подготовка к определению.

2.4.1. Приготовление пластинок.

Стеклоянную пластинку тщательно моют содой, хромовой смесью и дистиллированной водой. Высушенную пластинку покрывают сорбционной массой / 4 г силикаталя, 4 г окиси алюминия смешивают с 0,8 г гипса, прибавляют 20 мл дистиллированной воды и тщательно размешивают в стеклянном стаканчике в течение 10-15 мин. до однородной массы /, сушат на воздухе 30 мин., а затем 1 час в сушильном шкафу при температуре 100°C или 18-20 часов при комнатной температуре. Этой массы достаточно для приготовления 4-х пластинок размером 9x 12 см или 2-х пластинок размером 18x18 см.

2.4.2. Отбор проб.

Пробы для анализа отбираются согласно унифицированным правилам отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микробных чисел неспидидоз, утвержденным Зам. Главного государственного санитарного врача СССР за № 2051-79, 21.08.1979г.

2.5. Проведение определения.

2.5.1. Экстракция.

Навеску почвы / 100 г / или измельченных листьев
, или измельченных корней
сахарной свеклы / 50 г / помещают в коническую колбу, заливают
хлороформом до полного покрытия пробы. Экстрагируют час на аппа-
рате для встряхивания. Пробы трижды промывают хлороформом, экст-
ракты объединяют, фильтруют через слой безводного сернистого
натрия / весь объем 150-200 мл /. На водяной бане отгоняют до
объема 0,1-0,5 мл и остаток наносят на пластинку размером 9x12
см в одну точку / диаметр пятна не должен превышать 1 см/ на
расстоянии 1,5 см от нижнего края пластинки. На ту же пластинку
наносит стандартный раствор каунтера в диапазоне ожидаемых кон-
центраций.

2.5.2. Хроматографирование и проявление.

Пластинку под углом 60° к основанию с нанесенной пробой и
стандартными растворами помещают в хроматографическую камеру
при комнатной температуре. В качестве камеры используют эксик-
затор, на дно которого ставят кристаллизатор с подвижным раст-
ворителем- смесь n-гексана и ацетона в соотношении 10:1.

После того, как жидкость поднимется на высоту 10 см, пластин-
ку вынимают из камеры и оставляют на несколько минут на возду-
хе для испарения растворителя.

После этого пластинку опрыскивают проявляющим раствором
/ проявляющий реактив № 1 и № 2 в соотношении 1:1 /, а затем
раствором лимонной кислоты / для обесцвечивания фона. При нали-
чии каунтера в исследуемой пробе на пластинке проявляется сине-
фиолетовое пятно / $R_f = 0,7$ /.

При анализе ботвы сахарной свеклы, отобранной в более поздних фазах вегетации каунтер определяется с использованием двумерной хроматографии.

После отгона растворителя на водяной бане, остаток /0,1-0,5 мл / наносят на пластинку 18 x 18 см полоской длиной 5 см и шириной 1 см на расстоянии 1,5 см от нижнего края / нижняя сторона пластинки 13 см / и 2 см от левого края пластинки.

Хроматографирование проводят в подвижном растворителе смеси н-гексана и ацетона / 10:1 /. Дают растворитель продвигаться на высоту 12-14 см, затем пластинку высушивают на воздухе. Далее ее поворачивают на 90⁰ так, чтобы левый край пластинки служил основанием. С левой стороны пластинки наносят стандарт каунтера / в диапазоне ожидаемых концентраций / и хроматографируют в том же подвижном растворителе.

После проявления пластинок / теми же реактивами, что и в предыдущем случае / получаем пятна с $R_f = 0,7$.

2.6. Обработка результатов анализа.

Количественная оценка проводится путем сравнения интенсивности окраски и площадей пятен пробы и стандартов.

Содержание каунтера / мг/кг / вычисляют по формуле:

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

X- содержание препарата в пробе, мг/кг;

A- количество препарата, найденное путем сравнения пятна пробы с пятнами стандартных растворов, мг;

P- масса исследуемой пробы, кг.

В. Методике разработана в Украинском научно-исследовательском институте защиты растений г.Киева кандидатом химических наук Кавецким Владимиром Николаевичем, старшим инженером химиком Лессовой Валентиной Александровной.

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.	1
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-
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