

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 ВНЕ-
ШНЕЙ 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

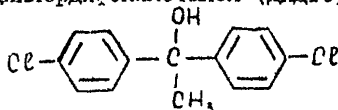
" 6 " августа 1981г.

№2432-81 (дополнение к №2371-81)

Временные методические указания
по определению остаточных количеств митраза
в воде, сливах и яблоках методом тонкослой-
ной хроматографии.

I. Краткая характеристика препарата.

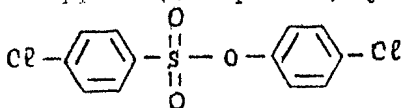
Митраз представляет собой смесь двух активных веществ:
4,4'-дихлордифенилэтанол (ДХДФЭ)



Мол. масса 303,08

- бесцветные кристаллы с температурой плавления 69,5-70°C, не растворимые в воде, но растворимые в большинстве органических растворителей; устойчиво к действию щелочей, но не стойко к действию сильных кислот; ДД₅₀ при оральном введении крысам и мышам 2000 мг/кг.

4-хлорфенил-(4-хлорбензол)-сульфонат (ХФХБС)



Мол. масса 255,03

- бесцветные кристаллы с температурой плавления 86,5°C, не растворимые в воде, но растворимые в бензоле, ацетоне и др. органических растворителях; не стабильно к действию сильных щелочей; ДД₅₀ при оральном введении крысам и мышам соответственно 926-1391 и 3000 мг/кг.

Пестицид выпускается в форме 50%-ного смачивающегося порошка, рекомендуется к применению для борьбы с растительноядными клещами на плодовых и овощных культурах, хлопчатнике.)

2. Методика определения митрана хроматографией в тонком слое сорбента.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Методика основана на хроматографическом определении действующих начал митрана в тонком слое стандартных пластинок "Силуфол" после экстракции *n*-гексаном.

Может быть также рекомендовано использование хроматографических пластинок с тонким слоем силикагеля Л 5-40 и окиси алюминия б/в для хроматографии. Возможно применение стандартных хроматографических пластинок "Алюфол".

2.1.2. Метрологическая характеристика метода.

Метрологическая характеристика метода представлена в таблице 2.1.

2.1.3. Метод избирателен в присутствии ряда хлорорганических соединений (α - и γ -ГХЦП; 2,4'- и 4,4'-ДЦТ, ДЦЛ, ДЦЭ).

2.2. Реактивы и растворы.

Ацетон, ч. ГОСТ 2603-79.

n-Гексан, ч. ТУ 6-09-3375-78.

Аммиак водный, 25%-ный, ч. ГОСТ 3760-79.

Натрий сернокислый безводный, ч. ГОСТ 4166-76.

Серебро азотнокислов, хч. ГОСТ 1277-81.

Стандартные растворы в *n*-гексане смеси 4,4'-дихлордифенилэтанола и 4-хлорфенил-(4-хлорбензол)-сульфоната х.ч. с концентрацией 100 и 10 мкг/мл (хранят на холоду в стеклянной посуде с притертыми пробками).

Продолжительный реагент: к раствору 0,5 г азотнокислого серебра в 5 мл дистиллированной воды добавляют 7-10 мл 25%-ного водного а.к.а.а.; полученную смесь разбавляют ацетоном до 100 мл; хранят в стеклянной темной посуде.

Таблица 2.1.

Метрологическая характеристика метода определения остаточных количеств митрана в различных объектах в тонком слое стандартных хроматографических пластинок "Силуфол"

| Объект анализа | Наименование вещества | Число параллельных определений | Размах вариаций (%) | Среднее значение (%) | Стандартное отклонение (%) | Относительное стандартное отклонение (%) | Доверительный интервал | Предел обнаружения (мг/л, мг/кг) |
|----------------|-----------------------|--------------------------------|---------------------|----------------------|----------------------------|--|------------------------|----------------------------------|
| Вода | ДХДФЭ | 6 | 30,00 | 89,45 | 10,02 | 11,20 | 8,18 | 0,003 |
| | КФХЭС | 6 | 11,11 | 88,89 | 5,61 | 6,05 | 4,58 | 0,003 |
| Яблоки | ДХДФЭ | 5 | 15,00 | 81,00 | 5,48 | 6,77 | 6,04 | 0,01 |
| | КФХЭС | 5 | 30,00 | 75,00 | 12,99 | 17,32 | 11,60 | 0,01 |
| Сливы | ДХДФЭ | 5 | 20,00 | 64,00 | 8,94 | 13,98 | 7,98 | 0,01 |
| | КФХЭС | 5 | 20,00 | 70,00 | 10,00 | 14,29 | 8,93 | 0,01 |

10

2.3. Приборы и посуда.

- Аппарат для встряхивания, ТУ 64-1-2451-78.
Баня водная, ТУ 64-1-2850-76.
Весы технические, разновесы, ТУ 64-1-1065-73.
Испаритель ротационный, МРТ 42-2589-66.
Компрессор воздушный для зубоврачебных работ.
Лампа кварцевая настольная, тип: А - 250.
Воронки делительные, ГОСТ 8613-75.
Воронки конические, ГОСТ 8613-75.
Камера для хроматографирования.
Камера для опрескивания хроматографических пластинок, ГОСТ
I 585-63.
Колбы конические, ГОСТ 10394-72.
Колбы мерные, ГОСТ 22524-77.
Колбы круглодонные на шлах, ГОСТ 10394-72.
Микропипетки емкостью 0,1 мл, ГОСТ 20392-74.
Нульверхааторы стеклянные.
Пипетки мерные, ГОСТ 1770-74.
Пробирки мерные, ГОСТ 1770-74.
Фильтры бумажные, ТУ 6-65-1678-77.

2.4. Подготовка к определению.

2.4.1. Отбор, хранение и доставка проб.

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

2.5. Проведение определения.

2.5.1. Экстракция препарата из анализируемой пробы.

Вода.

100 мл воды экстрагирует дважды реакцией по 20 мл. Осветленный экстракт фильтруют через слой натрия сернистого безводного и удерживают на ротационном испарителе до небольшого

объема (0,2-0,4 мл).

Сливы, яблоки.

Измельченную пробу (10-30г) гомогенизируют в фарфоровой ступке с натрием серноокислым безводным и экстрагируют дважды гексаном в течение 30 минут на аппарате для встряхивания. Объединенный экстракт дополнительно высушивают натрием серноокислым безводным и растворитель отгоняют на ротационном испарителе до небольшого объема (0,2-0,4 мл).

2.5.2. Хроматография в тонком слое.

Аликвотную часть экстракта с помощью микропипетки (микрошприца) наносят на хроматографическую пластинку "Силуфол". Рядом с пробой наносят различное количество стандартного раствора смеси действующих начал (по 0,5; 2,0 и 5,0 мкг активных компонентов) митрана.

Пластинку помещают в камеру для хроматографирования, на дно которой предварительно налит подвижный растворитель (смесь гексана с ацетоном в объемном соотношении 7:1).

После хроматографирования пластинку проветривают на воздухе, затем с помощью воздушного компрессора и пульверизатора обрабатывают проявляющим реагентом и облучают ультрафиолетом до четкого проявления пятен стандарта.

Величина R_f 4,4'-дихлордифенилэтанол и 4-хлорфенил-(4-хлорбензол)-сульфоната соответственно составляет $0,41 \pm 0,03$ и $0,53 \pm 0,02$.

В случае использования стандартных пластинок "Алюфол", хроматографируют в смеси гексана с ацетоном в соотношении 10:1. R_f ДХДФЭ и ХФХС соответственно равны $0,48 \pm 0,03$ и $0,79 \pm 0,04$.

Оценку содержания действующих начал митрана в пробе производят визуально путем сравнения интенсивности окраски и площади пятен со стандартами. Денситометрическое окончание определения на приборе типа "Оптон" приводит к повышению предела определения на один порядок.

2.6. Обработка результатов.

Расчет содержания действующих начал митрана в анализируемом

объектах производят в соответствии с формулой:

$$x = \frac{a \cdot V}{V \cdot P} \quad \text{мг/л или мг/кг}$$

где:

- а - количество препарата, обнаруженное в аликвотной части экстракта, мкг;
- V - объем аликвотной части экстракта, нанесенной на хроматографическую пластинку, мл;
- V - конечный объем экстракта, мл;
- P - масса (объем) пробы, г (мл).

2.7. Требования безопасности.

Необходимо соблюдать общепринятые правила безопасности при работе с органическими растворителями и токсическими веществами.

3. Методические указания разработаны: М.А.Клисишко, В.Ф.Демченко, Всесоюзный научно-исследовательский институт гигиены и токсикологии пестицидов, полимерных и пластических масс, г.Киев.

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 бопастара 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 роваля методом ТСХ в воде, почве, томатах, 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 citrusовых 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