

**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 ИГиЛТИ 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.

Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР

А.И. ЗАИЧЕНКО

" 24 " августа 1983 г.

№ 2834-83

**ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ
РОДАНИДА НАТРИЯ В СЕМЕНАХ ПОДСОЛНЕЧНИКА И ВОДЕ
МЕТОДОМ ХРОМАТОГРАФИИ В ТОНКОМ СЛОЕ.**

1. Характеристика препарата.

Na SCN

М.п. 81,0.

Роданид натрия.

Синоним: дебос.

Белое кристаллическое вещество. Хорошо растворимо в воде, метаноле, этаноле и ацетоне.

ДД₅₀ для животных 500- 1000 мг/кг.

ПДК в воде - 0,1 мг/л.

Рекомендован в качестве дефолианта для сельскохозяйственных культур. Норма расхода 8-16 кг/га / в пересчете на 100%-ный продукт /.

2. Методика определения роданида натрия

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Метод основан на извлечении роданида натрия из семян подсолнечника водой, упаривании экстракта досуха и определении методом тонкослойной хроматографии.

Проявляющий реагент : 4%-ный раствор хлорного железа в ацетоне.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода.

Приведена в таблице I.

Таблица I.

Доверительная вероятность 0,95 , число параллельных определений $n = 5$.

	: Диапазон	: Предел	: Сред	: Стандарт	: Довери-	
Пластин-	: Образец	: определяе-	: обнаруже-	: ное	: ное откло-	
ка	: мых кон-	: ния,	: значе-	: нение, %	: интервал,	
	: концентраций;	: мг/кг,	: ние, % :		: \pm %	
	: мкг	: мг/л	:	:	:	
КСИ	семена подсолнеч-	4-20	0,2	86	3,1	8,8
Силуфол						
УФ-254	вода	0,5- 5	0,005	89	5,8	7,2

2.2. Реактивы и растворы.

Ацетон, х.ч., ГОСТ 2603-79.

Вода дистиллированная.

Хлорное железо, ч., ГОСТ 4147-65.

Силикагель КСК-2,5, ТУ 6-09-2523-72.

Гипс медицинский, ОСТ 21-3-74.

Пластинки "силуфол" , ЧССР.

Роданистый натрий, х.ч.,

Стандартные растворы роданида натрия в ацетоне, содержащие

10 и 100 мкг в 1 мл / срок годности месяц /.

Бумага фильтровальная,

Проявляющий реагент : 4%-ный раствор хлорного железа в ацетоне. / Срок годности 10-12 дней /.

2.3. Приборы и посуда.

Весы аналитические ВЛР-200г и технические, ТУ 64-1-1065-73.

Аппарат для встряхивания, ТУ 64-1-1081-73.

Фарфоровые чашки.

Колбы конические на 100, 250 мл, ГОСТ 8613-75.

Воронки химические, ГОСТ 8613-75.

Мерные цилиндры на 50, 100 мл, ГОСТ 1770-74.

Микропипетки на 0,1 мл, ГОСТ 1770-74.

Пластинки стеклянные для хроматографирования размером 90x 120мм.

Камера для хроматографирования / эксикатор /, ГОСТ 10565-75.

Бани водяные, ТУ 46-22-608-75..

Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 10391-74.

2.4. Подготовка к определению.

2.4.1. Приготовление пластинок.

10 г силикагеля КСК-2,5 и 1 г гипса смешивают в стеклянном стаканчике, приливают 18 мл дистиллированной воды и тщательно перемешивают в течение 15 минут. Смесь наносят на три стеклянные пластинки размером 9 x 12 см. Сушат на воздухе 14-16 часов.

2.4.2. Отбор проб.

Пробы для анализа отбираются в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов", утвержденными Зам. Главного Государственного санитарного врача СССР за № 2051-79г., 21.08.79г.

2.5. Проведение определения.

2.5.1. Определение роданида натрия в воде.

Для анализа берут 100 мл воды, упаривают в фарфоровой чашке на водяной бане, не допуская разбрызгивания, сухой остаток смывают несколькими порциями ацетона / трижды по 0,2-0,5 мл / и наносят на , , пластинку на расстоянии 1,5 см от нижнего края. Диаметр пятна не должен превышать 0,5-0,8 см. На эту же пластинку наносят стандартные растворы, содержащие 0,5 и 5 мкг роданида натрия. Затем пластинку помещают в хроматографическую камеру с 10 мл подвижной фазы, (ацетон). Пластинка должна погружаться в подвижную фазу примерно на 0,5 см. Когда растворитель поднимется на высоту 10 см, пластинку вынимают, сушат на воздухе и проявляют, опрыскивая из пульверизатора 4%-ным раствором хлорного железа в ацетоне. На одну пластинку расходуется \approx 1 мл реагента. Роданистый натрий сразу же проявляется в виде ярко оранжевых пятен на белом фоне.

2.5.2. Определение роданида натрия в семенах подсолнечника.

Навеску семян 20 г помещают в коническую колбу, заливают 100 мл дистиллированной воды и встряхивают в течение 20 минут. Затем отделяют семена фильтрованием через бумажный фильтр, промывают небольшим количеством / 5-10 мл / воды. Фильтрат переносят в фарфоровую чашку и осторожно упаривают на водяной бане досуха. Остаток смывают небольшими порциями ацетона / трижды по 0,5 мл / и наносят на пластинку с КСК. На эту же пластинку наносят 4 и 20 мкг стандартного раствора роданистого натрия.

Операции проводят аналогично выше описанному определению роданида натрия в воде. На одну пластинку расходуется \approx 5 мл проявляющего реактива.

2.6. Обработка результатов анализа.

Количественное определение роданида натрия проводят путем сравнения интенсивности окраски и площадей пятен пробы и стандартных растворов или по величине площади пятен по формуле.

$$A = A_2 - \frac{A_2 - A_1}{S_2 - S_1} \cdot S_2 - S_1 / , \text{ где:}$$

A, S - количество препарата / мкг / и площадь / мм² / пятна определяемого вещества;

A_1, A_2, S_1 и S_2 - количество препарата / мкг / и площадь пятна / мм² / стандартных растворов с явно большим и явно меньшим содержанием вещества по сравнению с анализируемой пробой.

Величину площади пятен определяют, накладывая на пластинку прозрачную бумагу или кальку. Очерчивают контур пятен, переносят его на миллиметровку и подсчитывают число квадратных миллиметров, входящих в контур.

Содержание роданида натрия в мг/кг или мг/л вычисляют по формуле

$$X = \frac{A}{P} , \text{ где:}$$

X - содержание препарата в мг/кг или мг/л;

A - содержание препарата в пробе, мг;

P - масса исследуемой пробы, кг.

2.7. Требования безопасности.

Меры предосторожности - как со среднетоксичными пестицидами.

3. Разработчики

Бублик Л.И., Федоренко Н.В., УкрНИИЗР, г.Киев

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 далафона 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} жидкостной 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 табачарена 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 № 1829

Типография ВАСХНИЛ