

ГОСКОМИССИЯ ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ,
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНИКАМИ ПРИ МИНСЕЛЬХОЗЕ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТЬ-
ЛИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕ-
НЕЙ СРЕДЕ

ЧАСТЬ XII-я

Москва - 1983

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ
ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ,
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНИКАМИ 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

Москва-1983

Настоящие методические указания предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и научно-исследовательских учреждений Минздрава СССР, а также ветеринарных, агротехнических, контрольно-токсикологических лабораторий Минсельхоза СССР и лабораторий других Министерств и ведомств, занимающихся анализом остаточных количеств пестицидов и биопрепаратов 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 ИМПиТИ им. Мариновского Е.И. и лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

«УТВЕРЖДАЮ»

Заместитель Главного Государственного санитарного врача СССР

А.И.Занченко

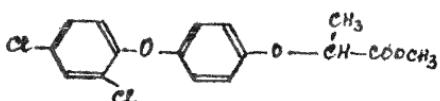
22 ноября 1981 г.

№ 2465-81

Временные методические указания по определению иллюксана в воде и почве методом газожидкостной хроматографии

1. Краткая характеристика пестицида

Иллюксан - химическое название метиловый эфир 2-4-(2¹,4¹-дихлорфенокси)-фенокси-пропионовой кислоты



Эмпирическая формула C₁₆H₁₄Cl₂O₄, молекулярная масса - 341,2.

Торговое название пестицида - ХОЕ 23408, дихлофен-метил.

Иллюксан представляет собой бесцветное кристаллическое вещество с температурой плавления 39-41⁰С и температурой кипения 175-170⁰С (при 0,1 мм рт.ст.).

Растворимость (г) в 100 мл при 25⁰С: стакола - 40, диэтилового эфира - 98, петролейного эфира (фракция 60-95⁰С) - 16, эфтерона и ксилола - практически неограничена.

Острая оральная токсичность ИД-50 для собак - 1500 мг/кг, крыс - 580 мг/кг.

Препарат применяется в качестве гербицида как местного,

так и системного действия на посевах пшеницы, сахарной свеклы, капусты, люцерны, картофеля и томатов. ПДК для воды и почвы не разработаны.

2. Методика определения остаточных количеств иллюксана в почве методом газожидкостной хроматографии (ГЖХ)

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Метод основан на экстракции иллюксана из почвы гексаном, из воды хлороформом, концентрировании экстракта на ротационном испарителе, переведении из хлороформного экстракта в гексан для воды и последующем определении методом ГЖХ с использованием электроннозахватного детектора.

2.2.2. Метрологическая характеристика метода.

Предел обнаружения - 0,5 нг, что составляет в мг/кг (мг/л); в воде - 0,002, почве - 0,04.

Процент определения иллюксана в воде 90-97, в дерново-подзолистой почве - 88-92, в черноземе - 72,0-76,0 при $n=4$ и доверительной вероятности $P = 0,95$.

Таблица

Анализи- руемый объект	Среднее зна- чение опре- деления стан- дартных ком- плементов (2,5 и 20 мкг) \pm	Стандарт- ное от- клонение	Средняя квадрати- ческая ошибка среднего	Довери- тельный интер- вал, \pm	Относитель- ная погреш- ность изме- рения, $\%$
Вода	93,0	3,8	1,9	4,6	4,8
Дерново- подзолисто- вая почва	87,0	4,4	2,2	5,3	6,1
Чернозем	74,5	3,0	1,5	3,6	4,8

2.1.3. Избирательность метода

Другие пестициды определению не мешают.

2.2. Реактивы и растворы

Н-гексан, х.ч. ТУ6-09-3375-78, дважды перегнанный.

Хлороформ, х.ч. ГОСТ-20015-74, дважды перегнанный.

Натрий сернокислый безводный, х.ч., ГОСТ 4166-76.

Натрий дигууглекислый, х.ч., 1% раствор, ГОСТ 2156-76.

Этаконный раствор иллюксана в н-гексане концентрацией 100 мкг/мл, приготовленный в мерной колбе емкостью 100 мл, хранится в холодильнике при 1-3°C в течение 1 года. Рабочий раствор (1,0 мкг/мл) хранится в таких же условиях в течение 1 мес.

Насадки для колонок:

5% SE-30 на хроматоне γ - АУДМХС (0,125-0,160 мм), 5% ХЕ-60 на хроматоне γ АУДМХС (0,125-0,160 мм).

Авт особый чистоты, ГОСТ 9293-74.

2.3. Приборы, аппаратура и посуда.

Газовый хроматограф (Цвет-5, Цвет-106, Газохром-1109 или др.), имеющий электронно-захватный детектор.

Колонки стеклянные длиной 1 метр и внутренним диаметром 8,5 мм.

Микрошипцы "МШ-1" и МШ-10".

Ротационный испаритель, ГОСТ 10800-77

Ванна водяная, ТУ 64-1 2850-76

Аппарат для встряхивания, ТУ 64-1-2451-78

Колбы плоскодонные вместимостью 250 мл для экстракции

Воронки лабораторные диаметром 8 см, ГОСТ 8618-75.

Пипетки вместимостью 1,0; 2,0; 10 мл, ГОСТ 1770-74

Делительные воронки цилиндрические вместимостью 1 л., ГОСТ 8618-75.

2.4. Отбор проб.

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

2.5. Проведение определения

2.5.1. Почва. Навеску воздушно-сухой почвы 25 г помещают в колбу вместимостью 250 мл, заливают 50 мл гексана, встряхивают в течение 10 мин и оставляют на 16-18 часов.

Гексан сливают в колбу ротационного испарителя через воронку с бумажным фильтром, на который нанесен слой безводного сернокислого натрия (20 г), предварительно смоченного гексаном.

Пробы почвы повторно дважды экстрагируют по 5 мл гексана

встряхиванием в течение 10 мин. Фильтр промывают 20 мл гексана.

Гексановые экстракты объединяют и упаривают на ротационном испарителе до 10 мл.

В испаритель хроматографа вводят 1-5 мкл аликовты.

2.5.2. Вода. Пробу воды 500 мл помещают в делительную воронку вместимостью 1 л, подщелачивают 10% раствором NaCO_3 до pH 9, заливают 100 мл хлороформа и встряхивают в течение 15 мин на аппарате для встряхивания. После разделения фаз нижний водный слой сливают в подобную воронку и дважды экстрагируют таким же образом по 100 мл хлороформа.

Объединенные экстракты фильтруют через воронку с бумажным фильтром, на который нанесен слой безводного сернокислого натрия (20 г), предварительно смоченного хлороформом. Фильтр промывают 20 мл хлороформа. Хлороформный экстракт упаривают на ротационном испарителе досуха, а остаток растворяют в гексане (10 мл). В испаритель хроматографа вводят 1-5 мкл конечного экстракта.

2.5.3. Условия хроматографирования

Детектор электронно-захватный

Рабочие шкалы чувствительности электрометра $1 \cdot 10^{-11}$ а, $2.5 \cdot 10^{-12}$ а. Скорость протяжки диаграммной ленты - 4 мм/мин.

Температурные режимы: испарителя - 220°C , колонки - 210°C , детектора - 220°C .

Скорость газов (авота особой чистоты) - испарителя - 60 мл/мин, продувочного 150 мл/мин.

Напряжение, подаваемое блоком питания - 300 в.

2.5.4. Время удерживания

Пестицид		Коды пик	
		5% SE-30	: 5% SE - 30+5% XE-60
Иллоксан		5,2 мин	4,45 мин

Надежность детектирования соплюдется в пределах 0,5-5 мг.

2.6. Обработка результатов анализа

Количественное определение иллоксана проводят путем сравнения высот пиков исследуемого вещества из экстракта и стандартного раствора по формуле:

$$X = \frac{A \cdot H_2 \cdot 2 \cdot 100\%}{H_1 \cdot 1 \cdot P \cdot K} \quad \text{где:}$$

X - содержание иллоксана в анализируемом объекте, мг/кг (мг/л);

A - количество иллоксана в стандартном растворе, введенном в хроматограф, мг;

H₁ - высота пика стандартного раствора, мм;

H₂ - высота пика анализируемой пробы, мм;

1 - объем аликовты, введенной в хроматограф, мкл;

2 - общий объем экстракта после упаривания или разведения, мл;

P - навеска анализируемого образца, г (мл);

K - полнота определения пестицида в почве (воде), %.

3. Требования безопасности

Соблюдаются требования безопасности, обычно рекомендуемые при работе с легковоспламеняющимися органическими растворителями и сжатыми газами.

Настоящие методические указания разработаны Г.А.Пивоваровым (ДНИАО) и В.Г.Лукерманом (Алма-Атинский филиал ДНИАО).

СОДЕРЖАНИЕ

ХЛОРООРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

Стр.

1. Временные методические указания по определению ХОП (ДДТ, ДДЭ, ДДА, -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 ГХХ.	12
3. Временные методические указания по определению остаточных количеств митрана в воде, сливах и яблоках методом ТСХ.	23
 ФОСФОРОГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ	
1. Методические указания по определению афоса в воздухе рабочей зоны методами ГХХ и ТСХ.	29
2. Временные методические указания по определению болстара в ботве и клубнях картофеля, листьях и стеблях хлопчатника, капусте, почве и воде ТСХ и ГХХ.	36
3. Методические указания по определению глифосата и его метаболита - аминометилбензойной кислоты методом хроматографии в воде, почве, растительном материале.	46
4. Методические указания по определению остаточных количеств дуробана 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 метилмеркаптофоса в воде, почве, винограде и зеленой массе хмеля ГЖХ и ТСХ.	67
7.	Временные методические указания по определению обунака методами ГЖХ и ТСХ в почве, растениях, воде водоемов.	76
8.	Временные методические указания по определению протиофоса в растительном материале, почве и воде методами ГЖХ и ТСХ.	82
9.	Временные методические указания по определению селекрона в растительной продукции, почве и воде ТСХ и ГЖХ.	91
10.	Временные методические указания по определению хлорофоса энзимно-хроматографическим методом в листьях белладонны и траве мяты перечной.	98
11.	Методические указания по определению в зерне и продуктах его переработки ФОП, применяемых для обеззараживания зерна и зернохранилищ, хроматографическими методами.	105

АЗОТСОДЕРЖАНИЕ ПЕСТИЦИДОВ

1.	Методические указания по определению остаточных количеств 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 ровраля 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 ГХХ. | 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 ГХХ 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 ГХХ. | 211 |
| 4. Временные методические указания по хроматографическому определению изатрина в почве и воде. | 217 |

5. Временные методические указания по определению остаточного методами ГЖХ и ТСХ в почве, в воде и растениях.	224
6. Методические указания по определению хлората маргания в почве, воде, растениях (подсолнечнике, лука) и в воздухе полярографическим и хроматографическим (ТСХ) методами.	230
7. Временные методические указания по определению остаточных количеств некоторых аналогов ивенильного горючона (алтосида, алтозара и п-бромфенилового эфира гераниола) в растениях картофеля и почве методами ТСХ и ГЖХ.	247
Дополнения	258

Л- 71958 от 20.1.83 г. Тираж 2000 экз., заказ № 1873
Типография ВАСХНИЛ