

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

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТЬ-
ЦИДОВ 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:

Зам. Главного Государственного
санитарного врача СССР

А.И.ЗАЛИЧЕНКО

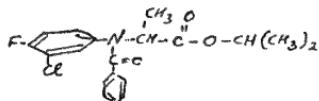
6 августа 1981г. № 2425-81

Временные методические указания по опре-
делению барнона в воде, почве и растени-
ях методом газожидкостной хроматографии.

I. Характеристика анализируемого пестицида.

Барнон (синоним - флибенпропил-изопропил) - послевсходовый гербицид (производство фирмы Шелл, Англия) - рекомендуется для уничтожения овсяга в посевах ячменя в дозах 0,8 - 1,0 кг/га по действующему веществу.

Химическое название: изопропил-N-бензоил-N-(3-хлор-4-фторфе-
нил)-2-аминопропионат. Структурная формула:



Эмпирическая формула: C₁₉H₁₉O₃NFCI. Молекулярная масса: 318,5.
Хорошо растворим в органических растворителях. LD₅₀ для крыс и мы-
шей более 2500 мг/кг.

2. Методика определения барнона
в воде, почве и растениях.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Методика основана на определении барнона способом газожидкостной хроматографии после экстракции гербицида из проб, очистки эк-

страктов и разделения на неподвижных фазах ХЕ-60 или СЕ-30. Определение проводят с использованием детектора постоянной скорости рекомбинации.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода.

Диапазон определяемых концентраций 0,0005 – 0,008 мкг. Нижний предел детектирования ~ 0,0005 мкг. Чувствительность определения: вода – 0,02 мг/л; почва, солома – 0,05 мг/кг; зерно – 0,1 мг/кг. Среднее значение определения стандартных растворов гербицида: вода – 87,0%; почва – 79,0%; солома – 75,8%; зерно – 61,0%. Стандартное отклонение: 4,24% (вода); 8,12% (почва); 5,06% (солома); 3,95% (зерно). Относительное стандартное отклонение: 0,049 (вода); 0,103 (почва); 0,066 (солома); 0,064 (зерно).

Определению барнона не мешают 2,4-Д, 2М-4Х, бентазон, ГХЦГ, альдрин, ДДТ, дилор.

2.2. Реактивы и растворы.

Ацетон (CH₃COCH₃), ГОСТ 2603-79, чда.

Гексан (C₆H₆), МРТУ 6-09-3375-78, хч.

Кислота серная (H₂SO₄), ГОСТ 4204-77, чда.

Алюминий окись (Al₂O₃), МРТУ 6-09-3916-75, ч.

Натрий сернокислый, безводный (Na₂SO₄), ГОСТ 4166-76, хч.
Неподвижные жидкие фазы: ХЕ-60 (5%) и СЕ-30 (5%) нанесенные на хроматон N-AW (0,16 – 0,20 мм), ЧССР.

Азот газообразный, ГОСТ 9293-74, осч.

Стандартный раствор барнона в ацетоне (1 мкг/мл).

2.3. Поуда и приборы.

Мельница электрическая, лабораторная.

Аппарат для встраивания АВУ-І, ТУ 64-І-І08І-73.
Испаритель ротационный ИР-ІМ, ТУ 25-ІІ-9І7-74.

Газовый хроматограф "Цвет-І06" с детектором постоянной скопости рекомбинации.

Баня песочная, ТУ 46-775-77.

Сито металлическое диаметром отверстий 1 мм.

Водоструйный насос КМ І230, ТУ 64-І-86І-72.

Воронки делительные ВД-З-500, ГОСТ 86І3-75.

ВД-З-250, ГОСТ 86І3-75.

Колбы Кн КШ-500-29/32 ТС, ГОСТ 10394-72.

Колбы остродонные ОКШ-50-14/23 ТС, ГОСТ 10394-72.

Стеклянные боксы СН З4/І2, ГОСТ 7148-70.

Колбы мерные ГОСТ І770-74, 100 мл.

Микрошприцы МШ-ІО

2.4. Подготовка к определению.

2.4.1. Подготовка хроматографических колонок.

Стеклянные колонки моют хромовой смесью, затем водой, ацетоном и просушивают. Колонку заполняют сорбентом, используя водоструйный насос. Заполненную колонку кондиционируют (не подключая к детектору) 8 часов при 250°C (ХЕ-60) и 270°C (SE-30).

2.4.2. Отбор и подготовка проб.

Отбор проб на анализ проводят в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микрокаличества пестицидов" № 205І-79 от 21.08.79.

Для анализа воды отбирают средний образец не менее 1 - 2 л, при необходимости фильтруют.

Средний образец почвы в количестве 1 - 2 кг сушат до воздуш-

но-сухого состояния, растирают, просеивают через сито с диаметром отверстий 1 мм.

Солому ячменя измельчают ножницами, зерно размалывают на лабораторной мельнице.

2.5. Проведение определения.

2.5.1. Экстракция.

Вода. 10 мл воды встряхивают в делительной воронке с гексаном 4x30 мл, каждый раз в течение 2 мин. Объединенные экстракты осушают безводным Na_2SO_4 и упаривают досуха на ротационном испарителе при температуре 40°C.

Почва, растения. 10 г пробы заливают в колбе 100 мл ацетона и настаивают 16 - 17 часов. Экстракты сливают, остаток встряхивают с ацетоном (2 раза по 30 мл) в течение 15 минут. Объединенные экстракты осушают безводным Na_2SO_4 и упаривают досуха.

2.5.2. Очистка экстрактов.

Очистку экстрактов осуществляют методом колоночной хроматографии на окиси алюминия. Сухие остатки экстрактов из почвы и растений (а при сильной загрязненности и воды) растворяют в небольшом объеме ацетона (1 - 2 мл) и количественно переносят в бокс, в котором помещено 5 г окиси алюминия. Бокс помещают на песочную баню, нагретую до 50 - 60°C и выдерживают до полного улетучивания ацетона (работать под тягой). Сорбент в боксе тщательно перемешивают стеклянной палочкой и переносят в делительную воронку, в суженный конец которой помещают тампон из стеклоткани. Для элюирования барана через колонку пропускают 300 мл смеси вода : ацетон : H_2SO_4 в соотношении 20 : 4 : 1 по объему. Скорость вытекания смеси - 100 - 120 капель в минуту.

После прохождения через колонку смесь встряхивают с гексаном

4 x 30 мл, каждый раз по 2 минуты. Гексановые экстракты объединяют, осушают безводным Na_2SO_4 и упаривают досуха.

2.5.3. Условия хроматографирования.

Сухие остатки растворяют в 2 мл гексана и вводят в испаритель 2 - 5 мкл.

В грушевидную колбу вносят 0,5 мкг стандартного раствора барнина, растворитель упаривают досуха, добавляют 2 мл ацетона и хроматографируют 2 - 5 мкл.

Хроматографирование проводят при следующих условиях: хроматограф "Цвет-ИСБ" с детектором постоянной скорости рекомбинации, шкала ИМТ - 10×10^{-12} а, скорость протяжки диаграммной ленты 1 см/мин. Колонка стеклянная, спиральная, 2000 x 3,5 мм, заполненная 5% ХЕ-60 или СЕ-30. Температура колонки 240°C (ХЕ-60) и 230°C (СЕ-30), температура испарителя и детектора в обоих случаях равна соответственно 250 и 260°C. Газ-носитель - азот любой чистоты (60 мл/мин), газ для поддува детектора - азот (очищ.) - 145 мл/мин. Время удерживания барнина равно 7 мин 20 сек (ХЕ-60) и 6 мин. (СЕ-30).

2.6. Обработка результатов анализа.

Для количественного определения измеряют высоту пиков проб и стандартных растворов. Содержание барнина в пробе рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{M_{ct} \cdot H_{pr} \cdot V_k \cdot V_{ct}}{H_{ct} \cdot V_x \cdot M},$$

где X - содержание барнина в пробе, мг/кг или мг/л;

M_{ct} - содержание гербицида в стандартном растворе, мкг;

H_{ct} - высота пика стандартного раствора, мм;

H_{pr} - высота пика пробы, мм;

V_k - объем конечного экстракта, мл;

V_{ct} - объем стандартного раствора препарата, введенный в хроматограф, мкл.

пробы
 V_x - объем экстракта введенного в испаритель, мкл;
 M - навеска пробы в г или мл.

2.7. Требования техники безопасности.

При анализе необходимо выполнять требования техники безопасности, рекомендованные для работ с органическими растворителями, кислотами и сжатыми газами.

2.8. Настоящие методические указания составлены по материалам Белорусского НИИ защиты растений (П.М. КИСЛУШКО, Л.В. ЗУБКЕВИЧ).

С О Д Е Р Ж А Н И Е

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 каунтара 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 ПЕСТИЦИДЫ

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 ГЖХ.	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 ГЖХ 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 ГЖХ.	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 юенильного гормона (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