

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 XI

Москва - 1981

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 XI-я

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 - 1981

Настоящие методические указания предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и научно-исследовательских учреждений Минздрава СССР, а также ветеринарных, аграрохимических, 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.

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 И.А.Клисенко).

Методические указания согласованы и одобрены отделом перспективного планирования санэпидслужбы ИМПиТМ им. Е.И.Марциновского и лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

Утверждаю

Заместитель Главного Государственного санитарного врача

Л.И.Звиченко

"19" октября 1979г.

№ 2084-79

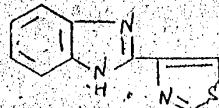
МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ТЕКТО(ТИАБЕНДАЗОЛА) В КАРТОФЕЛЕ И СВЕКЛЕ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИЕЙ

I. Краткая характеристика препарата.

Текто-системный фунгицид широкого спектра действия. Устойчив к погодным условиям, что обеспечивает длительную активность против болезней растений.

Действующее начало препарата 2-(4-тиазолил)бензимидазол.

Т.пл. 296-304°C.



$C_{10}H_7N_3S$

мол. масса 201,3

Растворим в ряде растворителей и, практически, нерастворим в воде. Растворимость в диметиловом сульфоксиде - 80,0 мг/мл, в ацетоне 2,8 мг/мл, в этилацетате - 1,7 мг/мл. Растворимость текто в воде при 25°C меняется в зависимости от pH, причем при pH 5-12 она не достигает 0,05 мг/мл, ниже pH 5 она возрастает и составляет 1 мг/мл.

Применяется в рекомендованных количествах, текто безвреден для растений, человека и животных. ЧУ в картофеле - 10 мг/кг.

2. Методика определения токто в картофеле.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Метод основан на извлечении токто из картофеля ацетоном.

очистке экстракта перераспределением в соляную кислоту, а затем после подщелачивания раствора, в этилацетат, насыщенный водой, с последующим определением методом тонкослойной хроматографии.

2.1.2. Математическая характеристика метода.

Максимально детектируемое кол-во 0,5 мкг. на пластинках *silicofol UV* и $\frac{254}{254}$ на пластинках с S_1O_2 для люминофоров.

Нижний предел определения - 0,07 мг/кг на пластинках *silicofol* и 0,13 мг/кг на S_1O_2 .

Размах вариации % R_f - 70-100%.

Среднее значение определения ё-83%.

Стандартное отклонение $S \pm 10,8\%$ при $n=15$.

Доверительный интервал среднего при $P=0,95$ и $n=5$ ё-83,0±13,9%.

2.1.3. Избирательность метода.

Метод селективен. Беномил, БМК., ФОП и ХСП определению не мешают.

2.2. Реактивы и растворы.

Ацетон х.ч. осн. ТУ 6-09-3513-75

Этилацетат х.ч., ГОСТ 22300-76.

Хлороформ ч.д.а ГОСТ 215-74

Спирт этиловый ГОСТ 5963-67.

Тексан ТУ 6-09-3375-73.

Соляная кислота х.ч. ГОСТ 3118-67, относит. плотность -1,19.

З/р-р.

Соляная к-та (фиксацил) ТУ 6-09-2540-72, 0,1N З/р-р.

Аммиак водный чда ГОСТ 3760-64.

Серная кислота, ГОСТ 4204-66, плотность I,84 (20 и 40% р-ры)

Калий иодистый хч ГОСТ 4232-74.

Натрий сернокислый безводный хч ГОСТ 4166-76.

Калий едкое ГОСТ 4203-65 4н раствор.

Окись кремния для люминесцентов ГОСТ 9428-60.

Гипс медицинский 3210-66.

Стандартные растворы тетро-с концентрацией 100 и 10мкг/мл в ацетоне. (Срок хранения 6 мес. при комнатной температуре).

Висмут основной азотнокислый чда, ГОСТ 10217-62.

Реактив Драгендорфа.

850 мг основного азотнокислого висмута растворяют в 40мл дистиллированной воды, приливают 10мл 40% раствора серной кислоты и раствор, содержащий 18г иодистого калия в 20мл воды. Из полученной смеси берут для опрыскивания пластинок (с SiO₂ для люминесцентов) 6 мл, приливают 6 мл 20% серной кислоты и 3-5 мл воды, перемешивают. Готовый к употреблению реактив хранить в темном прохладном месте.

Срок годности 2 недели.

2.3. Приборы и посуда.

Ротационный вакуумный испаритель НР-1.

Аппарат для выстрихивания.

Лампа УФ света типа "Хроматоскоп" или аналогичная с

УФ-излучением 250-260нм.

Водяная баня.

Вакуумный водоструйный насос.

Кюветы круглодонные на 500мл. с прищепленной пробкой.

Кювета плоскодонные на 500мл. с прищл.пробкой ГОСТ 10394-63.

мерные колбы ёмкостью 100мл ГОСТ 1770-74.

Цилиндры мерные ГОСТ 1770-74.

Пробирки центрифужные.

Пипетки ёмкостью 1мл, 5 мл, ГОСТ 1770-74.

Камера хроматографическая.

Пульверизатор стеклянный.

Сито капроновое (90-70 меш).

Пластинки "Silufol UV₂₅₄" , содержащие инергенный
неорганический люминисцентный индикатор.

Стеклянные пластинки 13x18 см.

Ступка фарфоровая.

Воронки химические.

Делительные воронки ГОСТ 10054-75 на 500мл.

Приготовление хроматографических пластинок

Для приготовления сорбционной массы на 4 пластинки размером 13x18 см берут 12г SiO_2 , просеянной через сито 90-70 меш, 1г гипса и тщательно распределяют в ступке. Затем добавляют 50мл дистиллированной воды, перемешивают, быстро наносят по 3 чайных ложки на каждую пластинку, равномерно распределяют по поверхности. Сушат пластиинки при комнатной температуре в течение 12 часов.

Пластинки хранят в специальных стеллажах закрытого типа.

2.4. Отбор проб.

или свечи

Пробу картофеля отбирают в соответствии с утвержденными методическими указаниями. На следней пробе (образце) от каждого клубня отрезают узкий сегмент и для анализа каждой параллельной пробы отсыпают по 15 г картофеля от каждого сегмента.

2.5 Ход анализа

или вёдки

Паруску картофеля помещают в плоскодонную колбу емкостью 500мл, заливают 100мл ацетона, добавляют 1мл 3% НСТ и экстрагируют в течение 30 минут с помощью механического встряхивателя. Экстракт фильтруют через бумажный фильтр в круглодонную колбу на 500мл. Операцию повторяют еще 2 раза порциями по 50мл ацетона, встряхивая пробу с растворителем каждый раз по 30 минут. Объединенный экстракт уваривают с помощью ротационного вакуумного испарителя до объема 1-2 мл. в колбу добавляют 30 мл 0,1н раствора соляной кислоты. Раствор фильтруют через бумажный фильтр в деликатную воронку и промывают колбу и фильтр 2 порциями по 15мл соляной кислоты. К солноческому раствору добавляют 2 мл 4н раствора KOH до pH 8-10. Текто извлекают из подкисленного раствора экстракцией 3 порциями по 30 мл этилацетата, насыщенного водой. После разделения слоев водный слой отбрасывают, а обединенный этилацетатный слой сушат над безводным сульфатом натрия. Высущенный раствор порциями фильтруют в грушевидную колбочку ротационного испарителя емкостью 20мл. Растворитель отгоняют до объема 1 мл и добавляют свежую порцию фильтрата. Последнюю порцию отгоняют до объема ~0,1-0,2 мл.

Условия хроматографирования

- Подготовленный экстракт количественно наносят при помощи стеклянного капилляра на пластинку. Колбочку с экстрактом 2-3 раза смывают небольшими порциями ацетона, которые также наносят в центр пятна. Справа и слева от пробы капилляром наносят стандартные растворы, содержащие 1,510 мкг препарата. Пластинку поместят в хроматографическую камеру, в

которую залита смесь растворителей гексан-ацетон-аммиак в отношении 1:1:0,1. После высыпивания пластинки на воздухе ее проявляют под лампой УФ-света типа "Хроматоскоп". Зоны локализаций препарата обнаруживаются в виде фиолетовых пятен на зеленоватом фосфоресцирующем фоне. R_f текста 0,45-0,47.

Пятна стабильны в течение нескольких дней.

Альтернативные условия хроматографирования

Прибор наносят на стеклянную пластинку со слоем для липофилов. Гасят пластинку в системе подиных растворителей:

хлороформ - этиловый спирт - аммиак

в отношении 100:10:0,1

Затем пластинку высыпают на воздухе и опрыскивают 10% раствором драгендорфа. Текто проявляется на пластинках в виде маленьких пятен на оранжевом фоне. Пятна стабильны в течение 3-4 часов.

величина R_f 0,75-0,77.

2.6 Обработка результатов анализа.

Количественное определение производят путем сравнения размеров пятен и интенсивности отраски проб и стандартных растворов.

Содержание препарата в пробе вычисляют по формуле:

$$X = \frac{A}{P}, \text{ где}$$

X - содержание препарата в пробе, мг/кг.

A - количество препарата, найденное путем визуального сопротивления со стандартом, мкг.

P - налеска, г.

3. Требования безопасности.

При работе с растворителями соблюдать меры безопасности, примятые для работы с легкогорючими жидкостями.

При работе с УФ-лампой - надевать темные защитные очки.

4. Авторы.

Методические указания подготовлены авторским коллективом ЗНИИХСЗР, г. Москва, Летинской Л.И., Новиковой К.Ф., Косачевой Е.И.

СОДЕРЖАНИЕ

Стр.

Хлорсодержание пестициды

1. Методические указания по определению неорона в меде методом газовой хроматографии	I
2. Методические указания по определению нитрохлора и префорана в эфирных маслах и эфиромасличном сырье методом газожидкостной хроматографии	8
3. Методические указания по определению ЭФ-2 в воде и почве газожидкостной хроматографией	14
4. Методические указания по определению хлорорганических пестицидов в воде, продуктах питания, кормах и табачных изделиях хроматографией в тонком слое . .	22
5. Методические указания по определению полихлорированных бифенилов в присутствии хлорорганических пестицидов в птицепродуктах методом газовой хроматографии	45

Фосфорсодержание пестициды

1. Методические указания по определению остаточных количеств волексона в растительном материале, почве и воде тонкослойной и газожидкостной хроматографией .	52
2. Методические указания по определению остаточных количеств гетерофоса в овощных культурах, почве и воздухе методами тонкослойной и газожидкостной хроматографии	61
3. Методические указания по определению остаточных количеств дурсбиона в растительном материале, почве и воде тонкослойной и газожидкостной хроматографией .	67
4. Методические указания по определению остаточных количеств изофоса-3 в рисе, почве и воде газожидкостной и тонкослойной хроматографией	75
5. Методические указания по определению метилнитрофоса и фенитрооксона в зерне и продуктах переработки зерна хромато-энзимным и газохроматографическим методом	84

6. Методические указания по определению остаточных количеств рицида "Н" в рисе и воде газожидкостной хроматографией	93
7. Методические указания по определению метилнитрофоса, фениндрооксона и п-нитрокреазола в зерне и продуктах переработки зерна методом хроматографии в тонком слое	103
8. Энзимно-хроматографический метод определения фосфорорганических пестицидов в растительных продуктах и биосубстратах	109

Азотсодержащие пестициды

1. Производные мочевины, гуанидина, дитиокарбаминовой кислоты, анилиды карбоновых кислот, нитропроизводные, дитиокарбаматы	
1. Методические указания по определению дуала в растительном материале, почве и воде хроматографией в тонком слое	118
2. Методические указания по определению остаточных количеств гербицида малорена в почвах с различным содержанием гумуса методом ТСХ	124
3. Методические указания по определению остаточных количеств НЕ-166 в огурцах хроматографией в тонком слое и фотометрическим методом	129
4. Методические указания по определению остаточных количеств тенекса в воде и почве	136
5. Методические указания по определению ФДН (N,N' -диметил- N -(3-хлорфенил)-гуанидин) в огурцах и воде методом тонкослойной хроматографии	139
6. Методические указания по определению дитана М-45 в продуктах питания растительного происхождения и воде	149
 П. Гетероциклические соединения	
7. Методические указания по определению базаграна в воде, почве, зерне и растительном материале	152

8. Методические указания по определению фунгицида бай- летона методом ТСХ в почве, корнях, зеленых листьях, плодах томатов и огурцов	159
9. Методические указания по газожидкостно-хроматогра- фическому определению бентазона в почве и растениях	166
10. Методические указания по определению диквата в се- менах подсолнечника и масле из семян подсолнечника спектрофотометрическим методом	174
II. Методические указания по определению метазина в во- де, почве, овоцах и биологическом материале методом хроматографии в тонком слое сорбента	181
12. Методические указания по определению остаточных ко- личеств сим-триазиновых гербицидов (симазина, эт- разина, пропазина, прометрина, семерона, мезорани- ла, метазина, метопротрина) в почве газожидкостной хроматографией	188
13. Методические указания по определению котофора в се- менах хлопчатника методом хроматографии в тонком слое	198
14. Методические указания по определению ронстара (ок- сидазона) в рисе методами газовой и тонкослойной хроматографии	205
15. Методические указания по определению тачигарена в воде методом тонкослойной хроматографии	209
16. Методические указания по определению тербацила в эфирных маслах и эфиромасличном сырье методом газо- жидкостной хроматографии	214
17. Методические указания по определению трифорина в воде	220
18. Методические указания по определению остаточных ко- личеств текто(тиабендазола) в картофеле и свекле тонкослойной хроматографией	227
19. Методические указания по определению остаточных ко- личеств фоназона в почве, воде, свекле и раститель- ных объектах газожидкостной хроматографией	234

Прочие пестициды

1. Методические указания по определению остаточных количеств хлората магния полярографическим методом ...	243
2. Методические указания по определению нитрона в воде, черноземной почве и сахарной свекле	248
3. Методические указания по определению содержания общей ртути в мясе, яйцах, рыбе, молочных продуктах, почве	255

Бактериальные пестициды

1. Методические указания по определению микробиологических инсектицидов не прямым иммунофлюоресцентным методом	268
2. Методические указания по определению витамина А в воздухе методом тонкослойной хроматографии	276
3. Методические указания по определению полиэдров ви-руса ядерного полиэдроза капустной совки на растительных объектах иммунофлюоресцентным методом	280

Дополнения

1. Хроматографическое определение микроколичеств грапанида, линурона, монолинуриона и их метаболов в воде, почве и растительном материале	289
2. Методические указания по определению актеллика растительной продукции, почве и воде	296