

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 СССР

А.И.Зайченко

"19" октября 1979 г.

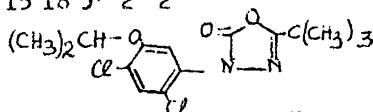
№ 2096-79

Методические указания по определению ронстара (оксида-
азона) в рисе методами газовой и тонкослойной хроматографии

1. Краткая характеристика препарата

Формулы: эмпирическая $C_{15}H_{18}O_3NCl_2$

структурная



Мол. масса 345,2

Химическое название:

Третичный бутил -2(дихлоро -2,4-изопропилокси-5-фенил)-4-
оксо-5-оксадиазолин-1,3,4

Ронстар - белый кристаллический порошок, $T_{пл.}$ 90°С. Прак-
тически нерастворим в воде, мало растворим в этаноле, растворим
в ацетоне, бензole, ацетонитриле. ПДК и ДОК в настоящее время не
установлены.

2. Методика определения ронстара в рисе

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Метод основан на извлечении ронстара из анализируемой про-
бы ацетоном, очистке экстракта на колоке из оксида алюминия и
последующем определении хроматографическими методами.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода

Нижний предел определения 0,05 мг/кг

Размах варьирования 70-90 %

Среднее значение определения - 73%

Стандартное отклонение $\pm 10,8\%$ при $n=13$

Доверительный интервал среднего при $P=0,95$ и $n=5-73 \pm 13\%$

2.1.3. Избирательность метода

Определению не мешают лиценз, 4,4'-ДД, 4,4'-ДДТ, БДС

2.2.Реактивы и растворы

Ацетон,хч,ГОСТ 2603-71

и-Гексан,ч,ТУ 6-09-3375-73

Бензол,хч,ГОСТ 5955-75

Хлористый метилен,ч, МРТУ 6-09-5362-68

Натрий сернокислый безводный,ч,ГОСТ 4166-66

Алюминия окись для хроматографии II ст.акт. МРТУ 6-09-5296-68

Алюминия окись с 5% водой. К окиси алюминия прибавляют 5% по объему дистиллированной воды, тщательно перемешивают и оставляют на 12 часов. Хранят в банке с притертой пробкой.

Пластинки "Силуфол"

Производители: №1 а) Едкий натр, 2 н. раствор в смеси этилового спирта и воды 1:1.

б) Тетраэозол синий, насыщенный раствор в смеси этилового спирта и воды 1:1.

№2. 0,5 г азотокислого серебра растворяют в 5 мл дистиллированной воды, прибавляют 7 мл водного раствора аммиака (уд.вес 0,9) и доводят до 100 мл ацетоном.

Стандартные растворы: №1. 10 мг ронстара (хч) растворяют в мерной колбе на 100 мл в и-гексане и доводят до метки этим растворителем. Раствор соответствует концентрации 100 мкг/мл.

№2. 5 мл раствора с концентрацией 100 мкг/мл вносят в мерную колбу на 100 мл и доводят до метки и-гексаном.

2.3.Приборы и посуда.

Прибор для отгонки растворителей (ротационный испаритель ИР-1 или аналогичный)

Измельчитель твердых веществ (или кофемолка)

Колбы конические емк. 250 мл

Воронки химические

Колонки стеклянные хроматографические (200 ммх20 мм)

Пипетки

Камера для хроматографирования

Пульверизаторы

Вата обезжиренная

Цилиндр с делениями емк.100 мл.

Хроматограф с детектором постоянной скорости рекомбинации (электронно -захватный), марки "Цвет" или др.

Микрофирицы на 10 мкл

Колонка стеклянная, диаметр 3 мм, длина 1 м, неподвижная фаза 5 % SE-30 на хроматоне НА-*W* или любая аналогичная неподвижная фаза.

Азот газообразный, особой чистоты, содержание кислорода не более 0,003%.

2.4. Подготовка к определению

Пробу риса отбирают в соответствии с утвержденными методическими указаниями. Размалывают 20 сек в кофемолке.

2.5. Проведение определения

25 г риса помещают в коническую колбу, заливают пробу 50 мл ацетона и оставляют на ночь. Фильтруют растворитель через слой сульфата натрия и упаривают при температуре не выше 50°C до объема 0,3 – 0,5 мл.

Окись алюминия смешивают с гексаном до кашеобразного состояния и наливают в хроматографическую колонку таким образом, чтобы высота слоя сорбента соотвавляла 9-10 см. Сверху помещают слой в 2 см сульфата натрия, промывают колонку 10 мл гексана. Остаток из колбы (после упаривания) количественно переносят в увлажненную гексаном колонку порциями по 1-3 мл хлористого метиlena. Препарат элюируют 100 мл хлористого метиlena, элюят упаривают до объема 0,2-0,3 мл, остаток упаривают досуха на воздухе.

2.6. Обработка результатов

2.6.1. Качественная идентификация и количественное определение рисстара методом газо-жидкостной хроматографии

Хроматограф с детектором постоянной скорости рекомбинации (электронно-захватный)

Колонка стеклянная, длина 1 м, диаметр 3 мм.

Носитель – хроматон НА-*W*, 0,16-0,20 мм, силианизированный

Неподвижная фаза – 5% SE-30 (любая аналогичная)

Скорость газа носителя (азота) – 60 мл/мин

Температура термостата колонок – 190°C, детектора – 230°C, испарителя – 230°C.

Шкала - $20 \cdot 10^{-12} \text{ в}$

Вводимый объем - 3-5 мкл

При указанных выше условиях время удерживания ронстара 4,5 мин. Определению не мешают линдан (время удерживания 1 минута), 4,4°ДДД (время удерживания 5,4 мин.), 4,4°ДДТ (время удерживания 6,6 мин.).

Расчет проводится по методу абсолютной калибровки.

2.6.2. Определение ронстара методом тонкослойной хроматографии

Перед началом анализа пластинку "Силуфол" активируют нагреванием в сушильном шкафу при 120° в течение 1 часа.

Пробу, концентрированную после очистки до 0,2-0,3 мл, наносят на хроматографическую пластинку на расстоянии 1,5 см от нижнего края, параллельно с пробой наносят стандартный раствор ронстара (М1) в количестве 0,02; 0,03; 0,04 мл, что составляет 2,3,4 мкг препарата соответственно. Затем пластинку помещают в камеру для хроматографирования с подвижным растворителем - бензолом. После хроматографирования пластинку сушат на воздухе и проявляют одним из проявителей. При проявлении тетразол-синим пластинку следует вначале опрыскать 2 ч. водно-спиртовым раствором едкого натра, нагреть в сушильном шкафу при температуре 120° в течение 4-х минут. Затем опрыскать насыщенным водно-спиртовым раствором тетразол-синего и вновь поместить в шкаф, нагретый до 120° , до появления фиолетовых пятен ронстара.

При отсутствии тетразол-синего препарат можно проявить аммиаком серебра, о последующим облучением УФ-светом. ДДТ и его метаболиты определению не мешают.

Величина R_f ронстара $0,5 \pm 0,05$

Количественное определение проводят путем сравнения интенсивности окраски и размера пятен проб и стандартных растворов. Количество препарата в пробе вычисляют по формуле:

$$X = \frac{A}{P} \cdot \frac{S_2}{S_1}$$

где X - содержание препарата в пробе, мг/кг

A - содержание препарата в стандартном растворе, мкг

S_1 - площадь пятна стандартного раствора, мм^2

S_2 - площадь пятна пробы, мм^2

P - масса исследуемой пробы, г.

2.7. Методические указания разработаны Д.Б.Гиренко, М.А.Клисенко (ВНИИПНТОЮС, Киев), З.Э.Бркова.

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 (<i>N,N'</i> -диметил- <i>N</i> -(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