

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
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, агрохимических, 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 М.А.Клисенко).

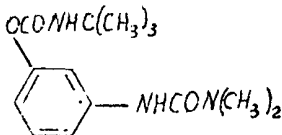
Методические указания согласованы и одобрены отделом перспективного планирования санэпидслужбы ИМПитМ им.Е.И.Марциновского и лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

"Утвержден"
Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР
А.И.Зачченко

19 октября 1979г. № 2079-79

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ТЕНДЕКСА
В ВОДЕ И ПОЧВЕ**

1. Краткая характеристика препарата



Мол.масса 279,34

Тендекс - *N*-[3-(трет-бутилкарбамоилокси)фенил]-*N,N'*-диметил-мочевина - кристаллическое вещество, $T_{пл.}$ -176-176,5°C. Растворим в ацетоне, хлороформе, диметилформамиде, этаноле и других органических растворителях. Растворимость в воде при комнатной температуре составляет 325 г/мл.

Гербицид тендекс поставляется в виде 80% с.п., 4% и 10% гранул.

ЛД₅₀ для белых мышей - 3000 мг/кг.

2. Основные положения

2.1 Принцип метода

Метод основан на извлечении препарата из пробы органическим растворителем и последующем хроматографировании в тонком слое силикагеля. В основу процесса проявления положено термическое разложение тендекса, диазотирование и азосочетание образовавшихся при этом ароматических аминов с α -нафтолом.

Метод специфичен в присутствии других гербицидов на основе производных мочевины (монурон, фенурон, диурон, линурон).

2.2 Реактивы и растворы

Ацетон, х.ч. ГОСТ 2603-71

н-Гексан, ч. ТУ 6-09-3375-73

Вода дистиллированная

Кальций сернокислый д/в, чда, просушенный при температуре 150°C в течение 6 час. хранят в банках с притертой пробкой.

Кислота соляная концентрированная, х.ч., уд.вес 1,18 ГОСТ 3118-67.

Кали едкое, ч. ГОСТ 4203-65

Натрий азотистокислый, ч. ГОСТ 4197-74.

Натрий сернокислый д/в, ч. ГОСТ 4166-66

А - Нафтол, чда

Силикагель КСК с размером частиц 100 меш

Хлороформ, ГОСТ 20015-74

Стандартные растворы химически чистого препарата в этиловом спирте содержащие 1000, 100 мкг/мл

Проявляющие реагенты:

II К раствору 4 мл конц. соляной кислоты в 46 мл дист. воды прибавляют 1 г нитрата натрия и тщательно перемешивают до полного растворения.

2,28 г едкого кали растворяют в 50 мл дист. воды и прибавляют 0,1 г А-нафтола

2.3 Приборы и посуда

Воронки химические ГОСТ 8613-64

Воронки делительные ГОСТ 8663 - 64

Камера для хроматографирования ГОСТ 10565 -63

Камера для опрыскивания хроматографических пластинок ГОСТ 10565-63

Колбы конические, емкостью 250 мл ГОСТ 10394-72

Микропипетки емкостью 0,1 мл ГОСТ 20292-74

Пипетки мерные ГОСТ 20292-74

Сито капроновое (100-150 меш)

Фильтры бумажные ТУ 6-09-1678-77

Цилиндры мерные ГОСТ 1770-74

Аппарат для встряхивания ТУ-64-1-2451-72

Весы технические, разновесы ТУ 64-1-1065-73

Прибор для отгонки растворителей (ротационный испаритель ИР-1)

МРТ 42-2589-66

Баня водяная ТУ 64-1-423/72

Пульверизаторы стеклянные

Шкаф сушильный МРТУ 42-1411-61

Пластинки для хроматографирования: для приготовления 7-8 пластинок берут 30 г силикагеля и 10 г кальция сернокислого б/в, просеянных через сито. Компоненты смешивают и тщательно растирают в фарфоровой ступке, постепенно приливая 75 мл дист. воды, до получения однородной массы, которую равномерно распределяют по поверхности пластинок, обезжиренных эфиром или этиловым спиртом.

Приготовленные пластинки сушат в течение суток при комнатной температуре, хранят в эксикаторе.

2.4 Ход анализа

Экстракция препарата из анализируемых проб:

а) Вода (из открытых и подземных водосточников, питьевая)

100 мл анализируемой пробы помещают в делительную воронку и трижды экстрагируют хлороформом по 20 мл. Объединенный экстракт высушивают безводным сернокислым натрием и отгоняют до небольшого объема.

б) Почва

50 г воздушно-сухой почвы, измельченной в фарфоровой ступке заливают хлороформом и взбалтывают на аппарате для встряхивания в течение 15 мин. Экстракт фильтруют через воронку с безводным сернокислым натрием. Экстракцию производят трижды, экстракты объединяют и отгоняют до небольшого объема.

2.5 Качественная идентификация и количественное определение тендекса (ТСХ)

Аликвотную часть экстракта препарата количественно с помощью микрошприца или микропипетки переносят на хроматографическую пластинку. На эту же пластинку наносят 1, 5, 10 мкг тендекса. Пластинку помещают в камеру для хроматографирования, на дно которой предварительно (з. 30 мин. до начала анализа) залита смесь гексана и ацетона в соотношении 5:3.

После поднятия фронта растворителя на 10 см пластинку вынимают из камеры, дают испариться растворителю.

Помещают пластинку в сушильный шкаф, где выдерживают при температуре 160-170°C в течение одного часа. Пластинку помещают в камеру для опрыскивания, обрабатывают проявляющим реагентом 1 и сразу же реагентом 2. Тендеко проявляется на пластинке в виде яркого розово-бурого пятна. Величина R_f в указанном подвижном растворителе 0,45 ± 0,03.

Метрологическая характеристика метода.

Нижний предел определения: в воде - 5 мкг/л; в почве - 10 мкг/кг.

Доверительный интервал среднего 85 %, 1

2.6 Методика разработана Демченко В.Р., Мотузинским Н.Ф.
(ВНИИГИНТОКС, Киев)

СО Д Е Р Ж А Н И Е

Отр.

Хлорсодержащие 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

Фосфорсодержащие 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 дуробана 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 динитрооксона в зерне и продуктах переработки зерна хромато-элюизмом и газохроматографическим методом	84

	Стр.
6. Методические указания по определению остаточных количеств рицида "П" в рисе и воде газожидкостной хроматографией	93
7. Методические указания по определению метилнитрофоса, фенитрооксона и п-нитрокрезола 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, дитиокарбаты

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 малорана 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 тендекса в воде и почве	136
5. Методические указания по определению ФДН (N,N' -диметил- N -(3-хлорфенил)-гуанидина) в огурцах и воде методом тонкослойной хроматографии	139
6. Методические указания по определению дитена М-45 в продуктах питания растительного происхождения и воде	149

II. Гетероциклические соединения

7. Методические указания по определению базаграна в воде, почве, зерне и растительном материале	152
---	-----

	Стр.
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-хроматографическому определению бентазона в почве и растениях	166
10. Методические указания по определению диквата в семенах подсолнечника и масле из семян подсолнечника спектрофотометрическим методом	174
11. Методические указания по определению метазина в воде, почве, овощах и биологическом материале методом хроматографии в тонком слое сорбента	181
12. Методические указания по определению остаточных количеств симм-триазиновых гербицидов (симезина, атразина, пропазина, прометрина, семазона, мезорантала, метазина, метопротрина) в почве газожидкостной хроматографией	188
13. Методические указания по определению котофора в семенах хлопчатника методом хроматографии в тонком слое	198
14. Методические указания по определению ронстар (оксидизона) в рисе методами газовой и тонкослойной хроматографии	205
15. Методические указания по определению тагигарена в воде методом тонкослойной хроматографии	209
16. Методические указания по определению тербацила в эфирных маслах и эфиромасличном сырье методом газожидкостной хроматографии	214
17. Методические указания по определению трифторина в воде	220
18. Методические указания по определению остаточных количеств текто(тиабендазола) в картофеле и свекле тонкослойной хроматографией	227
19. Методические указания по определению остаточных количеств феназона в почве, воде, свекле и растительных объектах газожидкостной хроматографией	234

Прочие пестициды

1. Методические указания по определению остаточных количеств хлората магния полярографическим методом ... 243
2. Методические указания по определению нортрона 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 вируса ядерного полиэдроза капустной совки на растительных объектах иммунофлюоресцентным методом 280

Дополнения

1. Хроматографическое определение микроколичеств гропанида, линурина, монолинурина и их метаболитов в воде, почве и растительном материале 289
2. Методические указания по определению актеллика растительной продукции, почве и воде 296