

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 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.

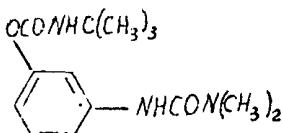
"Утверждэр"

Заместитель Главного государственного  
санитарного врача СССР  
А.И.Зайченко

19 октября 1979 г. № 2079-79

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ТЕНДЕКСА  
В ВОДЕ И ПОЧВЕ

## I. Краткая характеристика препарата



Мол. масса 279,34

Тендекс -  $N$ -[3-(трет-бутилкарбамоилокси)фенил]- $N^{\circ},N^{\circ}$ -диметил-  
мочевина - кристаллическое вещество.  $T_{пл.}$  - 176-176,5°C. Раство-  
рим в ацетоне, хлороформе, диметилформамиде, этаноле и других  
органических растворителях. Растворимость в воде при комнатной  
температуре составляет 325 ppm.

Гербицид тендео поставляется в виде 80% с.п., 4% и 10% гранул. ЛД<sub>50</sub> 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: дигазотирование и в сочетание образовавшихся при этом ароматических аминов с  $\alpha$ -кетолом.

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

## 2.2 Реактивы и растворы

Антон-Х.4. РОСТ 2603-71

198508-9-3375-23

### Возможности использования

Кальций сернокислый б/в. чда, пропущенный при температуре 150°C в течение 6 час. в хранил в банках с притертой пробкой.

Кислота соляная концентрированная, х.ч., уд.вес 1,18 ГОСТ 318-67.

REG. NO. 500065983 - 11/11/2013

Карта аэрофотосъемки № 1007 4197-74

ПАТРИК ГЕРШКОНЕНД 4/В. 5. POST 4166-66

$\alpha$ -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 гидрата натрия и тщательно перемешивают до полного растворения.

2,28 г едкого кали растворяют в 50 мл дист. воды и прибавляют 0,1 г  $\alpha$ -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

Цульверизаторы стеклянные

Шкаф сушильный МРТУ 42-14II-6I

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 водоисточников, 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 взвешивают на аппарате для встравливания в течение 15 мин. Экстракт фильтруют через воронку с безводным сернокислым матрием. Экстракцию производят трижды, экстракты объединяют и отгоняют до небольшого объема.

## 2.5 Качественная идентификация и количественное определение тендекса (TCX)

Аликовотную часть экстракта препарата количественно с помощью микроприца 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) наливают 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°С 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-бурового 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 85-91

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

## СОДЕРЖАНИЕ

	Стр.
<u>Хлорсодержание пестициды</u>	
1. Методические указания по определению нафона 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
<u>Фосфорсодержание пестициды</u>	
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 фенилнитрофосона 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, фенинитрооксона 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 базагрена 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, овощах 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 тэрбацила 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(тиабендиназола) 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 витамицина А в воздухе методом тонкослойной хроматографии .....	276
3. Методические указания по определению полиэдров ви-руса ядерного полиэдроза капустной совки на растите-льных объектах иммунофлюоресцентным методом .....	280

### Дополнения

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