

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.

"У Т В Е Р Ж Д А Ъ"

Заместитель главного государственного  
санитарного врача СССР

А.И. Зайченко

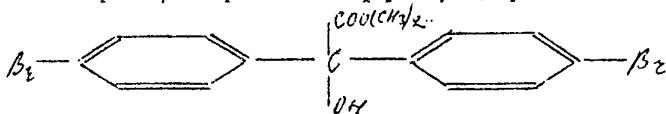
28 января 1980г

№ 2126-80

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ НЕОРОНА В МЕДЕ МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ  
ХРОМАТОГРАФИИ.

I. Характеристика препарата.

Неорон -/изопропиловый эфир 4,4-дibром бензойной кислоты.



Эмпирическая формула -  $\text{C}_{17}\text{H}_{16}\text{O}_3\text{Br}_2$ .

Молекулярная масса - 428,18.

Синонимы: А-2529, А-2443.

Технический продукт - твердое вещество кремового цвета.

Давление паров -  $5,5 \times 10^{-7}$  м.рт.ст. при  $20^{\circ}\text{C}$ . Плохо растворяется в воде, хорошо в большинстве органических растворителей.

Стабилен при высокой температуре, нестоек в кислой и щелочной средах. Выпускается в форме 25 и 50% концентрат эмульсии.

Неорон относится к малотоксичным соединениям. LD<sub>50</sub> его при введении в желудок крысам составляет 1,5 - 5 г/кг. Применяется неорон в качестве инсекто-акарицида на хлопчатнике. Перспективен - в борьбе с вредителями садов и варроатозом пчел.

## 2. Методика определения неорона в меде способом газовой хроматографии.

### 2.1. Основные положения.

#### 2.1.1. Принцип метода.

Метод основан на экстракции неорона ацетоном, перераспределении его в гексан, очистке последнего в статических условиях смесью силикагеля и окиси алюминия и идентификации пестицида способом газовой хроматографии с детектором постоянной скорости рекомбинации.

#### 2.1.2. Метрологическая характеристика метода.

Диапазон определяемых концентраций ~ 0,25-25 мкг неорона в анализируемой пробе.

Предел обнаружения - 0,025 мг/кг.

Полнота определения - 77,81%.

Стандартное отклонение - 10,4.

Относительное стандартное отклонение - 0,19.

Доверительный интервал - 6,24.

## 2.2. Реактивы и материалы.

Ацетон - чда, ГОСТ 2603-63.

Гексан - ч, ТУ - 6-09-3375-73.

Бензол - чда, ГОСТ 5955-68.

Натрий сорбокислый безводный - ч, ГОСТ 4166-66.

Окись алюминия для хроматографии - ч, 2 степени активности,  
МРТУ 6-09-5296-68

Силикагель КСК /или КСС/ - обрабатывают методом общепринятым для тонкослойной хроматографии. Продажный силикагель заливают на 20 часов соляной кислотой /1:1/, затем промывают водой и кипятят с разведенной азотной кислотой /1:1/ в течение 2-3 часов. Промывают горячей водопроводной, а затем дистиллированной водой до нейтральной реакции и до удаления следов хлоридов /промывные воды контролируются азотоокисным серебром/.

Промытый силикагель сушат при 140<sup>0</sup>С 6 часов, дробят и просеивают через сито 100 меш.

Вода дистиллированная.

Смесь экстрагентов - бензил 3 части и гексан -1 часть.

Хроматон Н-Ан-Ди/с 5% 5Е-30 /или ДС-550/.

Стандартный раствор неорона. а/. Отвешивают 10 мг неорона в мерную колбу на 100 мл. Неорон растворяют в гексане и доводят его до метки. Получается основной стандартный раствор с содержанием неорона 100 мкг в 1 мл.

б/. Из основного раствора готовят рабочий стандартный раствор неорона, содержащий 1 мкг препарата в 1 мл. Для этого в мерную пробирку на 10 мл с притертой пробкой отмеривают 0,1 мл основного стандартного раствора и доводят объем жидкости до 10 мл.

### 2.3. Приборы и посуда.

Газовый хроматограф "Цвет 106" с детектором постоянной скорости рекомбинации. /Допускается использование другого типа хроматографа с детектором по захвату электронов/.

**Вытяжной шкаф.**

Воронки делительные - на 100 и 200 мл.

Стаканы химические - на 50 мл.

Воронки химические - диаметр 5 и 3 см.

Цилиндры мерные - на 50 и 10 мл.

Пробирки мерные - цена деления 0,1 мл.

**2.4. Ход анализа.**

Отбирают среднюю пробу меда в соответствии с ~~изложимися~~ инструкциями. 10 г меда растворяют в 10 мл дистиллированной воды. Раствор переносят в делительную воронку. Стакан ополаскивают 30 мл ацетона и сливают его в ту же делительную воронку. Содержимое перемешивают 3 минуты. После разделения жидкости, нижний слой /водный раствор сахаров/ отбрасывают. Верхний слой /ацетоновый экстракт/ переносят в другую делительную воронку и прибавляют 70 мл дистиллированной воды. Нарон реэкстрагируют из водно-ацетонового раствора 2 раза гексаном, используя каждый раз по 10 мл экстрагента. Для этого смесь перемешивают в делительной воронке каждый раз по 3 минуты. Гексан /последовательными порциями/ фильтруют через воронку со слоем безводного сернокислого натрия в выпаривательную чашку. Воронку заправляют следующим образом: в суживающуюся часть воронки диаметром 5 см вводят томпон из белой ваты /50 мг/ и насыпают слой безводного сернокислого натрия - I - I,5 см. Перед использованием воронку промывают 5 мл гексана, который отбрасывают. После окончания фильтрации исследуемого экстракта воронку промывают 5 мл гексана, который сливают в выпаривательную чашку.

В выпаривательную чашку с гексаном добавляют по 200 мг силикагеля и окиси алюминия. После этого гексан выпаривают под тягой вытяжного шкафа при комнатной температуре. Пестициды вымывают из сухого остатка смесью бензола с гексаном - 3:1. Сначала в чашку приливают 3 мл смеси и перемешивают содержимое стеклянной палочкой 1 минуту. Надосадочную жидкость отфильтровывают через воронку со слоем безводного сернокислого натрия в мерную пробирку. Воронка диаметром 3 см. В суживающуюся часть воронки вводят тампон из белой ваты - 30 мг и насыпают слой безводного сернокислого натрия - 0,75 см./. Осадок в чашке и фильтр промывают еще 2 раза, используя каждый раз по 2 мл смеси бензол-гексан. Очищенный таким образом экстракт используют для газохроматографического анализа. При необходимости полученный экстракт можно сконцентрировать до объема 2 мл и вводить в хроматограф до 10 мкл жидкости.

#### 2.5. Условия хроматографирования.

Идентификацию наворона в экстракте проводят на газовом хроматографе "Цвет 106" с детектором постоянной скорости ре комбинация. Допускается использование других приборов с различными вариантами электронно захватного детектора. Подготовка прибора к работе производится в соответствии с его техническими требованиями. В качестве газа-носителя и на продувку детектора используют азот особой чистоты. Расход газа: на колонку - 40 мл минуту.

на продувку детектора - 80 мл минуту.

Режим работы прибора: температура испарителя - 230<sup>0</sup>С, температура колонки - 220<sup>0</sup>С, температура детектора - 250<sup>0</sup>С.

В испаритель хроматографа вводят до 10 мкл стандартного раствора, или очищенного экстракта. Время удерживания наорона на колонке 9 - 10 минут. Линейный динамический диапазон выдерживается в пределах от 0,5 до 10 нг препарата во введенной в испаритель пробе.

## 2.6. Обработка результатов анализа.

Количественное определение наорона производится путем сравнения высоты пиков опытной пробы и стандартного раствора по следующей формуле:

$$X = \frac{Y_{\text{пр.}} \times Ст \times H_{\text{пр.}} \times 100}{Y_{\text{вв.}} \times H_{\text{ст.}} \times M_{\text{пр.}} \times K}$$

Где: X - Количество пестицида в пробе в мг на 1 кг.

Y пр. - объем экстракта в мл.

Ст. - количество пестицида в нг., введенное в испаритель хроматографа со стандартным раствором.

Y ст. - высота пика стандартного образца Y в см/.

Y вв. - количество экстракта введенного в хроматограф / в мкл./.

H пр. - высота пика испытуемой пробы / в см/.

M пр. - масса пробы взятой для экстракции / в г /.

$\frac{100}{K}$  - Коэффициент для внесения поправки на потери пестицида при экстракции и в процессе подготовки пробы к исследованию, где K - определяемость наорона в % - 77,8%.

**3. Требования безопасности.**

Соблюдаются правила по технике безопасности в химических лабораториях.

---

Настоящие методические указания разработаны О.А. МАЛИНИНЫМ и В.И. ЯРОШЕНКО /Лаборатория фармацевтической технологии и токсикологии УНИИЭВ. г.Харьков. Зав. отделом – Академик ВАСХНИЛ И.Н. ГЛАДЕНКО/.

## СОДЕРЖАНИЕ

Стр.

### Хлорсодержание пестициды

1. Методические указания по определению нафрана 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, фениндроксона 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