

ГОСКОМИССИЯ ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ,  
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ ПРИ МИНСЕЛЬХОЗЕ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ  
В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

ЧАСТЬ XIV-я

Москва - 1984

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.

Срок действия временных методических указаний устанавливается до утверждения гигиенических регламентов.

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.

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

#### РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ :

Л.Г. Александрова, Д.В. Гиренко, А.А. Калинина (секретарь),  
М.А. Клисенко (председатель), Г.И. Короткова, Г.А. Хохоль-  
кова ( зам. председателя), В.Е. Кривенчук.

## "УТВЕРЖДАЮ"

Заместитель Главного Государствен-  
ного санитарного врача СССР

(А.И.ЗАИЧЕНКО)

"22" апреля 1981 г.

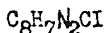
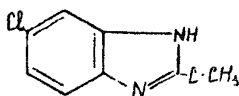
№ 2471-81

## ВРЕМЕННЫЕ

## МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ РОЗАЛИНА В РАСТИТЕЛЬНЫХ ОБЪЕКТАХ, ВОДЕ  
И ПОЧВЕ ХРОМАТО-СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ.

## I. Краткая характеристика препарата



М.М. 166,5

5-хлор-2 метил-бензимидазола - порошок белого цвета с кремоватым оттенком с температурой плавления 204-206°C. Хорошо растворяется в этиловом, метиловом спиртах, этилацетате, ацетоне, хлороформе, растворим в горячей воде, нерастворим в бензоле.

Розалин - гербицид избирательного действия против однолетних сорняков на посевах хлопчатника. ЛД<sub>50</sub> для крыс составляет 600 мг/кг.

## 2. Методика определения розалина в растительных объектах, в воде и почве.

### 2.1. Основные положения.

#### 2.1.1. Принцип метода.

Метод основан на хроматографировании розалина в тонком слое силикагеля в системе: бензол-ацетон (2:3) с проявлением зоны локализации препарата на пластинке 0,05% раствором азотнокислого серебра. Количественное определение проводят измерением оптической плотности этанольного элюата на спектрофотометре СФ-16 при длине волны 246 нм в кюветах толщиной слоя 1 см. Чувствительность определения 1 мкг в анализируемой пробе.

#### 2.1.2. Метрологическая характеристика.

Диапазон определяемых концентраций:

растительный объект	- 0,05-1,0 мг/кг;
вода	- 0,01-1,0 мг/л;
почва	- 0,02-1,0 мг/кг.

Предел обнаружения:

растительный объект	- 0,05 мг/кг;
вода	- 0,01 мг/л;
почва	- 0,02 мг/кг

Число параллельных определений:

растительный объект	- 5;
вода	- 5;
почва	- 5

Среднее значение определений:

растительный объект	- 92,3%;
вода	- 91,8%;
почва	- 91,6%

Стандартное отклонение:

растительный объект	- 0,011;
вода	- 0,0204;
почва	- 0,013

Относительное стандартное отклонение:

растительный объект	- 0,327;
вода	- 0,0394;
почва	- 0,072

Доверительный интервал среднего при  $P=0,95$  и  $n=5$ , в %

растительный объект	- 2,5-3,10;
вода	- 2,5-3,80;
почва	- 1,8-4,12

### 2.1.3. Избирательность метода.

Определению не мешают ГХЦГ, ДДТ, ДДТ, ДДТ, рогер, антио, базудин.

### 2.2. Реактивы и растворы.

Стандартные растворы розалина, х.ч., содержащие 100 мкг/мл хлороформа и спирта. 10 мг розалина растворяют в хлороформе, в мерной колбе на 100 мл и доводят до метки. Раствор устойчив в течение 3-х месяцев при хранении на холоду. Точно также готовят стандартный раствор розалина в спирте.

Ацетон, х.ч., ГОСТ 2603-79

Бензол, х.ч., ГОСТ 5955-75

Гексан, ч., ТУ 6-09-3375-73

Натрий сернокислый, х.ч., ГОСТ 4166-76

Оксид алюминия, ч.д.а., МРТУ 6-09-2046-64

Йод кристаллический, ч.д.а., ГОСТ 4139-79

Хлороформ, х.ч., ТУ 6-09-4263-76

Этиловый спирт ректификат, ТУ 6-09-4512-77

Серебро азотнокислое, х.ч., ГОСТ 1277-75, 0,5% водно-ацетоновый раствор (1 ч. воды и 3 ч. ацетона).

Бромфеноловый синий, ч.д.а., ТУ 6-09-1058-76, 0,05 гр. растворяют в 10 мл ацетона (последний разбавляют раствором азотнокислого серебра до объема 100 мл).

Лимонная кислота, х.ч., ГОСТ 3652-69, 2%-ный водный раствор  
Вата обезжиренная

Эфир диэтиловый, ГОСТ 6266-52

### 2.3. Приборы и посуда.

Спектрофотометр СФ-4А или СФ-16

Пластины хроматографические марки "Silufol UV-254"

Делительные воронки на 500 и 250 мл

Мерные колбы на 100 и 25 мл, ГОСТ 1770-74

Пипетки, ГОСТ 20292-74

Камера для хроматографирования

Колонка хроматографическая, стеклянная

Пульверизаторы стеклянные

Прибор для отгонки растворителя

Баня водяная

Эксикатор для йодной камеры

Шприцы комбинированные, ТУ 64-I-378-73

#### 2.4. Отбор, хранение и доставка проб.

2.4.1. Отбор проб проводится в соответствии с унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов, утвержденных заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР 21.08.79 г. за №2051-79.

#### 2.5. Проведение определения.

##### 2.5.1. Условия экстракции и очистки.

Вода. 100 мл воды помещают в делительную воронку, заливают 30 мл хлороформа и экстрагируют 10 мин. Экстракцию повторяют с 30 и 20 мл хлороформа. Объединенные экстракты сушат безводным сернокислым натрием (10 гр) в течение 5 мин., далее экстракт переносят в колбу для отгонки растворителя. Растворитель упаривают почти досуха (остаток в колбе 0,2-0,3 мл, испаряют при обычной температуре).

Почва. К 50 гр. увлажненной навески приливают 40 мл хлороформа, перемешивают 30 мин. на аппарате для встряхивания. Экстракцию повторяют с 30 мл хлороформа дважды. Объединенные экстракты фильтруют через бумажный фильтр. Сушат безводным сернокислым натрием (10 гр) 5 мин. Экстракт количественно переносят в колбу для отгонки растворителя и упаривают почти досуха.

Растительный материал. 20 гр. воздушно-сухого измельченного растительного материала (листья, стебли хлопчатника, надземная часть люцерны) помещают в колбу на 500 мл, заливают 200 мл дистиллированной воды и кипятят в течение 30 мин. Гомогенат

фильтруют в горячем виде, остаток на фильтре промывают несколькими порциями горячей дистиллированной воды. Фильтраты объединяют, количественно переносят в делительную воронку ёмкостью 500 мл и экстрагируют хлороформом по 30 мл трижды. Экстракты объединяют и очищают от коэкстрактивных веществ; пропускают его через хроматографическую колонку, заполненную обезжиренной ватой (2 см), окисью алюминия (5–6 см) и безводным сернистым натрием (5–6 см). Колонку перед тем как пропустить пробу, промывают хлороформом. Растворитель упаривают почти досуха.

### 2.5.2. Хроматографирование.

Сухой остаток в колбе после упаривания растворяют в 0,3–0,5 мл хлороформа. Пробу при помощи туберкулинового шприца количественно наносят на середину хроматографической пластинки так, чтобы диаметр пятна не превышал 1 см. Колбу дважды промывают небольшими порциями (0,4 мл) хлороформа, которые также наносят в ту же точку. На соседние полосы наносят стандартный раствор розалина, содержащий 2 и 5 мкг препарата. Пластинку с нанесенными пробами и стандартами помещают в камеру для хроматографирования, предварительно насыщенную в течение 30 мин. бензол–ацетоном в соотношении 2:3. Край пластинки погружают в растворитель не более, чем на 0,5 см. После поднятия <sup>фронта</sup> растворителя на высоту 10 см, пластинку вынимают из камеры и оставляют на воздухе до полного испарения растворителей. Затем пластинку опрыскивают проявляющей смесью 0,05% бромфенолового синего в ацетоне и 0,5% азотнокислого серебра. После того как пластинка подсохнет, её орошают лимонной кислотой для закрепления окраски пятна. На темном фоне пластинки проявляются синие пятна роза-



лина с  $\mu = 0,56 \pm 0,05$ .

### 2.5.3. Альтернативные условия хроматографирования.

Содержимое колбы после отгонки растворителя при определении розалина в воде, почве и растительном материале растворяют в 0,2 мл хлороформа. Пластинку делят по длине на три параллельные полосы. На первую и вторую полосу наносят в виде сплошной линии раствор экстрактов. Стенки колбы ополаскивают небольшими порциями хлороформа и наносят на те же полосы. На третью полосу наносят стандартный раствор розалина, содержащий 10 мкг препарата. Пластинку помещают в камеру, куда за 20–30 мин. до хроматографирования наливают смесь растворителей: спирт–гексан в соотношении 1:1. Как только фронт растворителя достигнет высоты 10 см, пластинку вынимают из камеры и после удаления запаха растворителей первую и вторую полосу закрывают стеклом и пластинку помещают в йодную камеру на 5–10 мин. Розалин обесцвечивают на третьей полосе по темно-коричневому пятку на желтом фоне  $\mu = 0,60 \pm 0,07$ . По проявленной зоне отмечают участки силикагеля на первой и второй полосах и переносят зоны розалина в колбу емкостью 100 мл. Элюируют 10 мл этилового спирта встряхиванием в течение 30 мин. Соответственно элюируют и зону чистого силикагеля и измеряют оптическую плотность элюатов при 246 нм.

Количество розалина определяют по калибровочному графику или сравнением оптических плотностей стандартного и испытуемого растворов. Для построения калибровочного графика в мерных колбах готовят стандартные растворы 5-хлор-2 метил-бензимидазола с концентрацией 1, 2, 5, 10, 15, 20 мкг/мл. Измеряют оптические плотности растворов при 246 нм и строят калибровочный

график  $D = f(c)$ , где  $c$  - концентрация розалина.

#### 2.5.4. Обработка результатов анализа.

Количественное определение розалина в анализируемой пробе проводится визуально по интенсивности окрашивания пятен на хроматограмме и по площади пятен стандартных растворов и проб.

Концентрацию розалина ( $X$ ) в воде, почве и растительном материале по формуле

$$X = \frac{A \cdot S_2}{B \cdot S_I}, \text{ где:}$$

$X$  - содержание препарата в пробе, мг/кг или мг/л;

$A$  - количество препарата, найденное путём визуального сравнения размера и интенсивности пятен пробы и стандартных растворов, мкг;

$B$  - содержание препарата в стандартном растворе, мкг;

$S_2$  - площадь пятна пробы, мм<sup>2</sup>;

$S_I$  - площадь пятен стандартного раствора, мм<sup>2</sup>.

При спектрофотометрическом определении содержания розалина в пробе вычисляют по формуле

$$X = \frac{A \cdot B}{C \cdot P}, \text{ где:}$$

$X$  - содержание розалина в анализируемой пробе, мг/кг или мг/л;

$A$  - количество розалина, найденное по калибровочному графику, мкг;

$B$  - общий объём экстракта, мл;

$C$  - объём раствора, нанесенный на хроматограмму, мл;

$P$  - масса анализируемой пробы, г.

## Приложение

Метрологическая характеристика метода определения  
розалина в растительном материале, воде и почве

Объект	Используемая концентрация	Точность определения в %	$\bar{C}$	$S$	$S_2$	$\Delta S$
Растительный материал	0,95	95	0,0475	0,0025	0,053	0,0032
	0,015	96	0,0144	0,011	0,821	0,0148
	0,24	86	0,206	0,022	0,1092	0,028
-----						
В о д а	0,15	95,5	0,143	0,0046	0,032	0,0058
	0,4	92	0,368	0,0274	0,074	0,348
	0,3	88	0,264	0,029	0,112	0,037
-----						
П о ч в а	0,10	92	0,092	0,0061	0,0665	0,0076
	0,24	96	0,228	0,0093	0,041	0,0117
	0,3	88	0,264	0,0296	0,112	0,0371
-----						

## 3. Требования безопасности.

Соблюдать общие правила по технике безопасности, необходимые при работе с химическими реактивами и пестицидами.

## 4. Разработчики.

Методические рекомендации подготовлены:  
сотрудниками УзНИСИПз Маджидовым У.А., Чола В.Д.  
и Института химии растительных веществ АН УзССР Хакимовой Н.К.,  
Абдуллаевым Ш., Шакировым Т.Т.

## СО Д Е Р Ж А Н И Е

## I. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ:

	стр.
Агелона и ситрина . . . . .	3
Актеллика и примипида . . . . .	8
Алара . . . . .	13
Бензоилпропэтила и этилового эфира N-3,4- дихлор- фенилаланина . . . . .	17
Беномила и БМК . . . . .	22
Бентазона . . . . .	30
Биоресметрина . . . . .	35
Болстара . . . . .	40
Бронокота . . . . .	48
Бутилкаптакса . . . . .	52
Бутокарбосима . . . . .	59
Гидрела . . . . .	63
ГМК-На . . . . .	66
Даконила . . . . .	70
Диазинона, эптама, гамма-изомера ГХЦ, фенмедетифама, ленашила, фосфамида и пиразона . . . . .	77
Дигидгела . . . . .	89
Диквата . . . . .	93
Зоокумапина . . . . .	97
Карбофурана . . . . .	100
Крочетона . . . . .	104
Менида и 3-хлор-4-метиленилина . . . . .	108
Метазина и компонентов гибридной смеси "карагард" . . . . .	113
Мятака . . . . .	118
Офунака . . . . .	124
Пликтрана . . . . .	128
Ратпидана . . . . .	132
Раундана . . . . .	138
Ровраля . . . . .	143
Розалина . . . . .	148
Синтетических пиретроидов (амбуш, депис, рипкорд, сумипидин) . . . . .	154
Стомпа . . . . .	161

	стр.
Сумилекса . . . . .	166
Томиллона . . . . .	173
Триморфамида . . . . .	180
Фекама-трибуфона . . . . .	186
Фталана . . . . .	192
Препарата 242 . . . и металилхлорида (МХ) . . . . .	200
Хостаквика . . . . .	206
Эдила . . . . .	210

## II. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

### Хлорорганические пестициды

Методические указания по определению остаточных количеств гексахлорана (линдана) в сушеном картофеле полярографическим методом . . . . .	213
--	-----

### Фосфорорганические пестициды

Методические указания по определению дифоса (абата) в продуктах животного происхождения методом тонкослойной хроматографии . . . . .	218
--	-----

Методические указания по определению метафоса, фосфамида и хлорофоса в сушеных овощах и плодах (картофель, морковь, петрушка, яблоки, груши, слива) методами тонкослойной и газо-жидкостной хроматографии . . . . .	223
---	-----

Временные методические указания по определению метилнитрофоса, фенилтрооксона и п-нитрокрезола в лесной растительности и почве тонкослойной хроматографией . . . . .	241
---	-----

Методические указания по определению трихлорметафоса- 3 и его метаболитов в биоматериале методом газо- жидкостной хроматографии . . . . .	252
---	-----

## Азотодержащие пестициды

стр.

Методические указания по хроматографическому определению бутараксоима в почве, воде и растительном материале . . . . .	260
Методические указания по определению ИМК-На, гидрела, дигидрела методом спектрофотометрии в воде, растительном материале (томаты, блоки, свекла). . .	267
Временные методические указания по определению лонтрела в воде, почве и растениях методом газо-жидкостной хроматографии . . . . .	275
Временные методические указания по определению паврлана методом газо-жидкостной хроматографии в почве, табаке и в табачном дыме . . . . .	285
Временные методические указания по определению розалина в растительных объектах, воде и почве хромато-спектрофотометрическим методом . . . . .	296
Методические указания по определению трефлана в воде, почве, томатах и капусте методом УФ-спектрофотометрии с использованием тонкослойной хроматографии . . . . .	305
Методические указания по фотометрическому определению эдила в воде, растительном масле, семенах подсолнечника, траве . . . . .	311
Методические указания по определению остаточных количеств пинабеа в сушеных овощах и плодах фотометрическим методом . . . . .	317

## Биопрепараты

Временные методические указания по определению остаточных количеств препарата вирия-диприона на растительных объектах ИФ-методом . . . . .	325
Временные методические указания по определению остаточных количеств биопрепарата вирия-КШ на растительных объектах иммуно-флюоресцентным методом. .	331