

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

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТЬ-  
ЛИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕ-  
НЕЙ СРЕДЕ

ЧАСТЬ XII-я

Москва - 1983

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ  
ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ,  
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНИКАМИ ПРИ МСХ СССР

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

ЧАСТЬ XIII

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-1983

Настоящие методические указания предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и научно-исследовательских учреждений Минздрава СССР, а также ветеринарных, агротехнических, 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. (Председатель группы экспертов – М.А.Клисенко).

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

УТВЕРЖДАЮ:

Заместитель Главного Государствен-  
ного Санитарного врача СССР

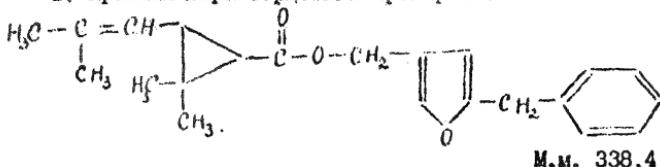
Замченко А.И.

6. августа 1981г.

№ 2428-81

ВРЕМЕННЫЕ  
МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ  
ОПРЕДЕЛЕНИЮ ИЗАТРИНА В ПОЧВЕ И ВОДЕ.

I. Краткая характеристика препарата:



изатрик (рессетрин, бензилфурон, ...)

Действующее начало препарата - (±)-цино, трано-(2-бензилфурил-4-метил)хризантемат. Полностью растворяется в 10% спирте с образованием бесцветной жидкости.

По внешнему виду воскоподобная масса, Т.пл. 43-48°C, Т.кип. 180°C, соломенно-желтого цвета, с резким запахом китрокраски. При смешивании с водой образуется эмульсия белого цвета, легко гидролизуется при действии кислот и щелочей.

Препарат эффективен в малых дозировках (0,0025-0,01% действующего начала) в борьбе с широким рядом вредителей - инсектицид контактного действия. По данным УзНИИСГИЗ относится к классу умеренно-токсичных соединений -  $LD_{50}$  для белых крыс при внутривенном введении равна 840мг/кг, при ингаляционном - 3650 мг/м<sup>3</sup>.

## 2. Методика определения изатрина в почве и воде.

### 2.1. Основные положения.

#### 2.1.1. Принцип метода.

Методика основана на хроматографии изатрина в тонком слое силикагеля в системе: гексан-хлороформ-бензол, после экстракции хлороформом и очистки экстракта.

#### 2.1.2. Метрологическая характеристика

Диапазон определяемых концентраций: 0,01-0,1мг/кг в почве, 0,005-0,1 мг/л в воде. Нижний предел обнаружения 1 мкг. Предел обнаружения в почве 0,01мг/кг, в воде 0,005мг/л.

Число параллельных определений 5.

Среднее значение определения (в %) в почве - 83%

в воде - 86,2%

Стандартное отклонение  $S_n$  - 0,0025,  $S_f$  - 0,00075

Относительное стандартное отклонение  $S_n$  - 0,0625  
 $S_f$  - 0,0160

Доверительный интервал среднего при Р=0,95 и n=5

почва: для концентрации 0,02 мг/кг - 0,00129

0,05 мг/кг - 0,00313

0,1 мг/кг - 0,00426

вода: для концентрации 0,01 мг/л - 0,0005

0,05 мг/л - 0,0009

0,1 мг/л - 0,0043

### 2.1.3. Избирательность метода.

### 2.2. Реактивы и растворы

Изатрин, х.ч., стандартный раствор в хлороформе, содержащий 100 мкг/мл, готовят в мерной колбе из рабочего раствора. Рабочий раствор готовят следующим образом: в мерную колбу (25 или 50мл) со штифтом наливают 10-15 мл хлороформа, взвешивают, добавляют 1-2 капли изатрина, взвешивают и доводят объем до метки. По разнице весов между вторым и первым взвешиванием находят навеску пестицида, расчитывают концентрацию его. Рабочие и стандартные растворы устойчивы в течение месяца при хранении в темном и прохладном месте.

Ацетон х.ч., ГОСТ 2603-79

Гексан ч., ТУ 6-09-3375-78

Хлороформ х.ч., ГОСТ 215-74

Бензол х.ч., ГОСТ 5955-75

Натрий сернокислый безводный, хч., ГОСТ 4166-76

Калий марганцовокислый, х.ч., ГОСТ 204890-75, 0,25% водный раствор.

Окись алюминия: II степень активности

Параанитрофенол ч.д.а., МРТУ.6-09-6409-69

Медь сернокислая х.ч., ГОСТ 4165-67

Калий роданистый ч.д.а., ГОСТ 4139-65

Кадмий иодистый, ч.д.а., ГОСТ 8421-57

Систему подвижных растворителей готовят за 20минут до хроматографирования: а) гексан-бензол, в соотношении I:I

б) гексан-хлороформ-бензол, в соотношении I:2:I

Проявляющие реактивы должны быть свежеприготовленными:

а) 0,25% раствор марганцовокислого калия

б) 30% раствор сернокислой меди + 10% водный раствор рода-  
нистого калия в соотношении 1:1

в) 100 мл 5% раствора кадмия хромистого + 1 гр паранитрофе-  
нола.

### 2.3. Приборы и посуда.

Камера для хроматографии

Силуфоловые пластиинки

Ротационный испаритель ИР-1

Хроматографическая колонка

Пульверизаторы стеклянные

Аппарат для встряхивания

Источник УФ-света

Посуда лабораторная по ГОСТ 1770-74

Фильтры для тонких осадков

Делительные воронки

Микромиццы или микропищетки

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

2.4.1. Отбор проб производится в соответствии с унифи-  
цированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продук-  
ции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для опреде-  
ления микроколичеств пестицидов, утвержденными Заместителем  
Главного Государственного Санитарного врача СССР от 21.08.  
1979 г. за № 2051-79.

### 2.5. Проведение определения.

2.5.1. Почва, 50 г. сухо-воздушной почвы, измельченой,  
просеянной через сито с диаметром отверстий 1 мм, помещают  
в коническую колбу, увлажняют 100 мл ацетона и встряхивают на  
аппарате для встряхивания в течение 15 минут, фильтруют по-  
сле отстаивания через плотный фильтр со слоем б/в сернокислого  
(2-3 гр).

Экстракцию повторяют дважды порциями ацетона по 30 мл. Объединенные экстракты упаривают при 50<sup>0</sup>С до объема 5-10 мл и пропускают через хроматографическую колонку, заполненную окисью алюминия и безводным сернокислым натрием. Предварительно колонку промывают ацетоном. Элюируют изатрин из колонки 20 мл ацетона. Первые 5 мл элюата отбрасывают. Экстракт упаривают на водяной бане до объема 0,2-0,3 мл.

2.5.2 Вода. 200 мл воды помещают в делительную воронку, трижды экстрагируют 20 мл хлороформа в течение 20 минут. Экстракты объединяют, сушат б/в сернокислым натрием (10 г.) в течение 15 мин. Отгоняют растворитель на водяной бане до объема 0,2 - 0,3 мл.

#### 2.6. ХРОМАТОГРАФИРОВАНИЕ

Экстракт количественно наносят на силуфоловую пластинку микрощипцом так, чтобы диаметр пятна не превышал 1 см. Центр пятна должен быть на расстоянии 1,5 см от нижнего края пластиинки. Каплю с экстрактом 2 - 3 раза смывают небольшими порциями хлороформа и наносят в центр первого пятна. Справа и слева от пробы на расстоянии 2 см наносят стандартные растворы изатрина, содержащие 5, 10 или 20 мкг препарата.

Пластинку помещают в хроматографическую камеру, в которую за 20-30 минут до хроматографирования заливают смесь растворителей: гексан-бензол (1:1). После того как фронт растворителя поднимется на 10 см, пластиинку вынимают и оставляют на 10-15 минут на воздухе для испарения подвижного растворителя. Пластиинку обрабатывают 0,25% раствором марганцовокислого калция, из розовом фоне появляются желтые пятна с  $K_f = 0,35 \pm 0,05$ .

#### 2.6.1. Альтернативные условия хроматографирования.

Пластиинку помещают в систему подвижных растворителей:

гексан-хлороформ-бензол в соотношении 1:2:1, проявляют изатрин 30% раствором сернокислой меди + 10% водный раствор роданистого калия в соотношении 1:1, пластинку помешают в сушильный шкаф, нагретый до 110°, на 5-8 минут. Изатрин проявляется на пластинке в виде темно-коричневых пятен на фиолетовом фоне с  $R_f=0,78+0,01$ .

При проявлении пластинки смесью (B) изатрин локализуется в виде темных пятен на бледно-фиолетовом фоне.

#### 2.7. Обработка результатов анализа.

Количественное определение изатрина проводят путем сравнения интенсивности окраски и измерения площади пятна пробы и того стандарта, площадь которого наиболее близка по величине и интенсивности пятна пробы.

Концентрацию изатрина (X) в (мг/кг) или (мг/л) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{A}{P} \quad , \text{ где}$$

A - количество изатрина, найденное в анализируемой пробе, мкг  
P - масса анализируемой пробы: почви (в г), воды (в мл)

#### 3. Требования безопасности.

Соблюдаются общие правила по технике безопасности, необходимые при работе с химическими реактивами, летучими органическими соединениями и пестицидами.

#### 4. Авторы.

Методические указания подготовлены в УзНИИСГиЦЗ

Тарасовым В.В., Искандаровым Т.И. и Чола В.Д.

ПРИЛОЖЕНИЕ

Метрологическая характеристика метода определения  
изатрина

Вносямая концентрация (мг/л, мг/кг)	% определения	С		S		S <sub>2</sub>		Δ С	
		1	2	1	2	1	2	1	2
<b>ВОДА</b>									
0,01	78	0,0078		0,0004	0,0517	0,0005			
0,05	93,6	0,047		0,00075	0,0160	0,0009			
0,1	87	0,087		0,0034	0,0386	0,0043			
<b>ПОЧВА</b>									
0,02	82	0,0164		0,00103	0,0627	0,00129			
0,05	80	0,04		0,0025	0,0625	0,00313			
0,1	87	0,087		0,0034	0,0386	0,00426			

## СОДЕРЖАНИЕ

### ХЛОРООРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

Стр.

1. Временные методические указания по определению ХОП (ДДТ, ДДЭ, ДДА, -ГХЦГ) в рыбе и рыбной продукции методом газожидкостной хроматографии.	I
2. Методические указания по определению ХОП и симтриазиновых пестицидов при их совместном присутствии в почве с помощью ГХХ.	12
3. Временные методические указания по определению остаточных количеств митрана в воде, сливах и яблоках методом ТСХ.	23
 ФОСФОРОГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ	
1. Методические указания по определению афоса в воздухе рабочей зоны методами ГХХ и ТСХ.	29
2. Временные методические указания по определению болстара в ботве и клубнях картофеля, листьях и стеблях хлопчатника, капусте, почве и воде ТСХ и ГХХ.	36
3. Методические указания по определению глифосата и его метаболита - аминометилбензойной кислоты методом хроматографии в воде, почве, растительном материале.	46
4. Методические указания по определению остаточных количеств дуробана в воде, почве, лесной растительности и биосредах методом ТСХ.	54
5. Временные методические указания по определению каунтора в растениях сахарной свеклы и почве методом ТСХ.	61

6.	Методические указания по определению метилмеркаптофоса в воде, почве, винограде и зеленой массе хмеля ГЖХ и ТСХ.	67
7.	Временные методические указания по определению обунака методами ГЖХ и ТСХ в почве, растениях, воде водоемов.	76
8.	Временные методические указания по определению протиофоса в растительном материале, почве и воде методами ГЖХ и ТСХ.	82
9.	Временные методические указания по определению селекрона в растительной продукции, почве и воде ТСХ и ГЖХ.	91
10.	Временные методические указания по определению хлорофоса энзимно-хроматографическим методом в листьях белладонны и траве мяты перечной.	98
11.	Методические указания по определению в зерне и продуктах его переработки ФОП, применяемых для обеззараживания зерна и зернохранилищ, хроматографическими методами.	105

#### АЗОТСОДЕРЖАНИЕ ПЕСТИЦИДОВ

1.	Методические указания по определению остаточных количеств акрекса, диносеба, каратана, ДНОКа в воде, почве и растительном материале хроматографическими методами.	119
2.	Временные методические указания по определению байгона методом ГЖХ в молоке.	138
3.	Временные методические указания по определению барнона в воде, почве, растениях методом ГЖХ.	148

- |  |     |
|--|-----|
| 4. Методические указания по определению кронетона в воде, почве, корнеклубнеплодах и растительном материале ТСХ.                             | 154 |
| 5. Временные методические указания по определению ридомила методом хроматографии в воде, почве, растительном материале.                      | 160 |
| 6. Временные методические указания по определению ровраля методом ТСХ в воде, почве, томатах, картофеле, винограде, виноградном соке и вине. | 168 |
| 7. Временные методические указания ронилана в растительной продукции, почве и воде ТСХ и ГХХ.  | 175 |
| 8. Временные методические указания по определению эвисекта в растительной продукции, почве и в воде ТСХ.                                     | 182 |
| 9. Временные методические указания по определению этиримола в растительной продукции, почве и воде ТСХ.                                      | 188 |

#### ПРОЧИЕ ПЕСТИЦИДЫ

- |   |     |
|---|-----|
| 1. Временные методические указания по определению геранилбутирата методом ГХХ и ТСХ в почве, воде, корнеплодах и листьях сахарной свеклы. | 195 |
| 2. Временные методические указания по определению бромпропилата(неорона) в яблоках и цитрусовых методом газовой хроматографии.            | 206 |
| 3. Временные методические указания по определению иллоксана в воде и почве методом ГХХ.   | 211 |
| 4. Временные методические указания по хроматографическому определению изатрина в почве и воде.  | 217 |

5. Временные методические указания по определению омайта методами ГЖХ и ТСХ в почве, в воде и растениях.	224
6. Методические указания по определению хлората маргания в почве, воде, растениях (подсолнечнике, луке) и в воздухе полярографическим и хроматографическим (ТСХ) методами.	230
7. Временные методические указания по определению остаточных количеств некоторых аналогов ивенильного горючона (алтосида, алтозара и п-бромфенилового эфира гераниола) в растениях картофеля и почве методами ТСХ и ГЖХ.	247
Дополнения	258

Л- 71958 от 20.1.83 г. Тираж 2000 экз., заказ № 1873  
Типография ВАСХНИЛ