

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

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИ-  
ЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШ-  
НЕЙ СРЕДЕ

ЧАСТЬ XII-я

Москва - 1983

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 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

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 био-препаратов 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 ИМПТИ им. Маршановского Е.И. и лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

«УТВЕРЖДАЮ»

Заместитель Главного Государст-  
венного санитарного врача СССР

\_\_\_\_\_ А.И.Заяченко

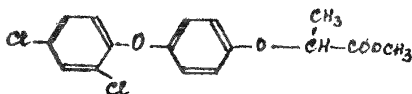
22 ноября 1981 г.

№ 2465-81

Временные методические указания по определению  
иллоксана в воде и почве методом газожидкостной  
хроматографии

1. Краткая характеристика пестицида

Иллоксан — химическое название метилвый эфир 2-4-(2<sup>1</sup>,  
4<sup>1</sup>-дихлорфенокси)-фенокси-/пропионовой кислоты



Эмпирическая формула  $C_{16}H_{14}Cl_2O_4$ , молекулярная масса -  
341,2.

Торговое название пестицида - ХОЕ 23408, дихлофоп-метил.

Иллоксан представляет собой бесцветное кристаллическое  
вещество с температурой плавления 39-41<sup>0</sup>С и температурой кипения  
175-170<sup>0</sup>С (при 0,1 мм рт.ст.).

Растворимость (г) в 100 мл при 25<sup>0</sup>С: этанола - 40, диэтил-  
ового эфира - 38, петролейного эфира (фракция 60-95<sup>0</sup>С) - 16,  
ацетона и ксилола - практически неограниченна.

Острая оральная токсичность ЛД-50 для собак - 1500 мг/кг,  
крыс - 580 мг/кг.

Препарат применяется в качестве гербицида как местного,

так и системного действия на посевах пшеницы, сахарной свеклы, капусты, люцерны, картофеля и томатов. ПДК для воды и почвы не разработаны.

2. Методика определения остаточных количеств  
иллоксана в почве методом газожидкостной  
хроматографии (ГЖХ)

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Метод основан на экстракции иллоксана из почвы гексаном, из воды хлороформом; концентрировании экстракта на ротационном испарителе, переводении из хлороформного экстракта в гексан для воды и последующим определением методом ГЖХ с использованием электроннозахватного детектора.

2.2.2. Метрологическая характеристика метода.

Предел обнаружения - 0,5 нг, что составляет в мг/кг (мг/л); в воде - 0,002, почве - 0,04.

Процент определения иллоксана в воде 90-97, в дерново-подзолистой почве - 83-92, в черноземе - 72,0-76,0 при  $n=4$  и доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

Таблица

Анализи- руемый объект	Среднее зна- чение опре- деления стан- дартных кон- цетр (2,5 и 20 мкг) %	Стандарт- ное от- клонение %	Средняя квадрати- ческая ошибка среднего арифме- тического го. %	Довери- тельный интер- вал, %	Относитель- ная погреш- ность изме- рения, %
Вода	93,0	3,8	1,9	4,6	4,8
Дерново- подзоли- стая почва	87,0	4,4	2,2	5,3	6,1
Чернозем	74,5	3,0	1,5	3,6	4,8

### 2.1.3. Избирательность метода

Другие пестициды определены не мешают.

### 2.2. Реактивы и растворы

Н-гексан, х.ч. ТУ6-09-3375-78, дважды перегнанный.

Хлороформ, х.ч. ГОСТ-20015-74, дважды перегнанный.

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

Натрий двууглекислый, х.ч., 1% раствор, ГОСТ 2156-76.

Этаконный раствор илюксана в н-гексане концентрацией 100 мкг/мл, приготовленный в мерной колбе емкостью 100 мл, хранится в холодильнике при 1-3°C в течение 1 года. Рабочий раствор (1,0 мкг/мл) хранится в таких же условиях в течение 1 мес.

Насадки для колонок:

5% SE-30 на хроматоне М - АВДМХС (0,125-0,160 мм), 5% XE-60 на хроматоне М АВДМХС (0,125-0,160 мм).

Азот особой чистоты, ГОСТ 9293-74.

### 2.3. Приборы, аппаратура и посуда.

Газовый хроматограф (Цвет-5, Цвет-106, Газохром-1109 или др.), имеющий электронно-захватный детектор.

Колонки стеклянные длиной 1 метр и внутренним диаметром 3,5 мм.

Микрошприцы «МШ-1» и МШ-10».

Ротационный испаритель, ГОСТ 10800-77

Ваня водяная, ТУ 64-1 2850-76

Аппарат для встряхивания, ТУ 64-1-2451-78

Колбы плоскодонные вместимостью 250 мл для экстракции

Воронки лабораторные диаметром 8 см, ГОСТ 8613-75.

Пипетки вместимостью 1,0; 2,0; 10 мл, ГОСТ 1770-74

Делительные воронки цилиндрические вместимостью 1 л., ГОСТ 8613-75.

### 2.4. Отбор проб.

Отбор и хранение проб производят в соответствии с «Унифицированными правилами отбора проб...», утвержденными заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР А.Н.Замченко за № 2051-79 от 21 августа 1979 г.

### 2.5. Проведение определения

2.5.1. Почва. Навеску воздушно-сухой почвы 25 г помещают в колбу вместимостью 250 мл, заливают 50 мл гексана, встряхивают в течение 10 мин и оставляют на 16-18 часов.

Гексан сливают в колбу ротационного испарителя через воронку с бумажным фильтром, на который нанесен слой безводного сернокислого натрия (20 г), предварительно смоченного гексаном.

Пробы почвы повторно дважды экстрагируют по 5 мл гексана

встряхиванием в течение 10 мин. Фильтр промывают 20 мл гексана.

Гексановые экстракты объединяют и упаривают на ротационном испарителе до 10 мл.

В испаритель хроматографа вводят 1-5 мкл аликвоты.

2.5.2. Вода. Пробу воды 500 мл помещают в делительную воронку вместимостью 1 л, подщелачивают 10% раствором  $\text{NaHCO}_3$  до pH 9, заливают 100 мл хлороформа и встряхивают в течение 15 мин на аппарате для встряхивания. После разделения фаз нижний водный слой сливают в подобную воронку и дважды экстрагируют таким же образом по 100 мл хлороформа.

Объединенные экстракты фильтруют через воронку с бумажным фильтром, на который нанесен слой безводного сернокислого натрия (20 г), предварительно смоченного хлороформом. Фильтр промывают 20 мл хлороформа. Хлороформный экстракт упаривают на ротационном испарителе досуха, а остаток растворяют в гексане (10 мл). В испаритель хроматографа вводят 1-5 мкл конечного экстракта.

### 2.5.3. Условия хроматографирования

Детектор электронно-захватный

Рабочие шкалы чувствительности электрометра  $1 \cdot 10^{-11}$  а,  $2.5 \cdot 10^{-12}$  а. Скорость протяжки диаграммной ленты - 4 мм/мин.

Температурные режимы: испарителя -  $220^\circ\text{C}$ , колонки -  $210^\circ\text{C}$ , детектора -  $220^\circ\text{C}$ .

Скорость газов (азота особой чистоты) - носителя - 60 мл/мин, продувочного 150 мл/мин.

Напряжение, подаваемое блоком питания - 300 в.



#### 2.5.4. Время удерживания

Пестицид	Колонки	
	5% SE-30	5% SE-30+5% XE-60
Иллоксан	5,2 мин	4,45 мин

Чувствительность детектирования соблюдается в пределах 0,5-5 нг.

#### 2.6. Обработка результатов анализа

Количественное определение иллоксана проводят путем сравнения высот пиков исследуемого вещества из экстракта и стандартного раствора по формуле:

$$X = \frac{A \cdot H_2 \cdot 2 \cdot 100\%}{H_1 \cdot 1 \cdot P \cdot K} \quad \text{где:}$$

X - содержание иллоксана в анализируемом объекте, мг/кг (мг/л);

A - количество иллоксана в стандартном растворе, введенном в хроматограф, нг;

H<sub>1</sub> - высота пика стандартного раствора, мм;

H<sub>2</sub> - высота пика анализируемой пробы, мм;

1 - объем аликвоты, введенной в хроматограф, мкл;

2 - общий объем экстракта после упаривания или разведения, мкл;

P - навеска анализируемого образца, г (мг);

K - поправка определения пестицида в почве (воде), %.

#### 3. Требования безопасности

Соблюдаются требования безопасности, обычно рекомендуемые при работе с легковоспламеняющимися органическими растворителями и сжатыми газами.

Настоящие методические указания разработаны Г.А.Пивоваровым (ИИИАО) и В.Г.Цукерманом (Алма-Атинский филиал ИИИАО).

С О Д Е Р Ж А Н И Е

ХЛОРООРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

	Стр.
1. Временные методические указания по определению ХОП (ДДТ, ДДЭ, ДДД, -ГХЦГ) в рыбе и рыбной продукции методом газожидкостной хроматографии.	1
2. Методические указания по определению ХОП и симтриазиновых пестицидов при их совместном присутствии в почве с помощью ГЛХ.	12
3. Временные методические указания по определению остаточных количеств митрана в воде, сливах и яблочках методом ТСХ.	23

ФОСФОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

1. Методические указания по определению азота в воздухе рабочей зоны методами ГЛХ и ТСХ.	29
2. Временные методические указания по определению ботвы в ботве и клубнях картофеля, листьях и стеблях хлопчатника, капусте, почве и воде ТСХ и ГЛХ.	36
3. Методические указания по определению глифосата и его метаболита - аминокетилфосфоновой кислоты методом хроматографии в воде, почве, растительном материале.	46
4. Методические указания по определению остаточных количеств дурсбана 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 метилмеркапто-  
фоса в воде, почве, винограде и зеленой массе хме-  
ля ГЖХ и ТСХ. 67
7. Временные методические указания по определению офу-  
нака методами ГЖХ и ТСХ в почве, растениях, воде водое-  
мов. 76
8. Временные методические указания по определению протио-  
фоса в растительном материале, почве и воде методами  
ГЖХ и ТСХ. 82
9. Временные методические указания по определению се-  
лекрона в растительной продукции, почве и воде ТСХ  
и ГЖХ. 91
10. Временные методические указания по определению хлоро-  
фоса энзимно-хроматографическим методом в листьях  
белладонны и траве мяты перечной. 98
11. Методические указания по определению в зерне и про-  
дуктах его переработки ФОП, применяемых для обеззаражи-  
вания зерна и зернохранилищ, хроматографическими мето-  
дами. 105

#### АЗОТСОДЕРЖАЩИЕ ПЕСТИЦИДЫ

1. Методические указания по определению остаточных коли-  
честв 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 рон-раля 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 ГЭХ. 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 ГЭХ 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 ГЭХ. 211
4. Временные методические указания по хроматографическому определению изатрина в почве и воде. 217

- |   |     |
|---|-----|
| 5. Временные методические указания по определению омаита методами ГЖХ и ТСХ в почве, в воде и растениях.  | 224 |
| 6. Методические указания по определению хлората магния 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 ювенильного гормона (алтосида, алтозара и п-бромфенилового эфира гераниола) в растениях картофеля и почве методами ТСХ и ГЖХ. | 247 |
| Дополнения  | 258 |

Л- 71958 от 20. I. 83г Тираж 2000 экз., заказ № 1873

Типография ВАСХНИЛ