

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 Государственного

Санитарного врача СССР

А.И. ЗАЙЧЕНКО

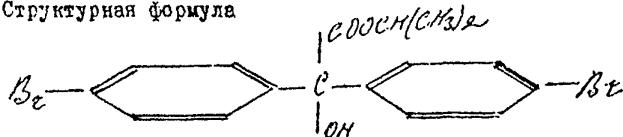
" 22 " октября 1981 г.  
№ 2476-81

Временные методические указания  
по определению бромпропилата /неорона/ в яблоках и  
цитрусовых методом газовой хроматографии.

I. Краткая характеристика препарата.

Бромпропилат - /изопропиловый эфир 4,4-дибром бензиловой  
кислоты/.

Структурная формула



Эмпирическая формула -  $C_{17}H_{15}O_3Br_2$ .

Молекулярная масса - 428,12.

Синонимы: Неорон, А-2529, А-2443.ЖС 19851

Физические и химические свойства. Технический продукт - твердое вещество кремового цвета. Давление паров -  $5,5 \times 10^{-7}$  мм рт. ст. при 20°C. Плохо растворяется в воде, хорошо - в большинстве органических растворителей. Стабилен при высокой температуре. Нестоек в кислой и щелочной средах. Выпускается в форме 25-50% концентрат эмульсии и смачивающегося порошка.

Токсикологическая характеристика. Бромпропилат относится к малотоксичным соединениям. LD<sub>50</sub> при введении его в желудок крысам - 1,5 - 5 г/кг.

Применяется в качестве инсекто-акарицида на хлопчатнике. Проспективен в качестве инсекто-акарицида в борьбе с вредителями садов, а также варроатозом пчел.

2. Методика газохроматографического определения бромпропилата /неорона/ в яблоках и цитрусовых.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Методика основана на газохроматографическом определении бромпропилата /неорона/ с детектором постоянной скорости рекомбинации на колонке с 5% неподвижной фазы /E-30 /или DC-550/, после экстракции ацетоном и очистки экстракта путем осаждения прикосновением уксуснокислого свинца.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода.

Предел обнаружения - 0,02 мг/кг.

Минимум определяемых концентраций - 0,2 - 50 мкг бромпропилата в анализируемой пробе.

Размах варьирования - 65 - 92%.

Полнота определения /среднее значение/ - 78,0%.

Стандартное отклонение - 10,1%.

Относительное стандартное отклонение - 0,13.

Доверительный интервал - 78,0  $\pm$  4,5%.

2.1.3. Селективность метода.

ГХЦГ, ДДТ /ДДШ, ДД/, гептаклор, дилор, кальтан; ТХМ-3 и другие фосфорорганические пестициды определению не мешают.

2.2. Реактивы и растворы.

Ацетон, чда, хч. ГОСТ 2603-79.

Рексан, ч. ТУ 6-09-3375-78.

Бензод, ч. ГОСТ 5955-75.

Натрий сернокислый биаводный, ч. ГОСТ 4166-76.

Уксусная кислота /ядинная/. ГОСТ 18270-72.

Окись алюминия, для хроматографии - 2 ст. активности.

ТУ 6-09-3916-76.

Силикагель КСК /или КСС/. ГОСТ 3956-76.

Свинец уксуснокислый /или свинец уксуснокислый основной/, ч. ТУ 6-09-4140-75.

Натрий щелочи, хч. ГОСТ 4328-77.

Хроматон /E-30/ с 5% /E-30 /или DC-550/.

Вода дистиллированная. ГОСТ 6709-72.

Кислота соляная, ч. ГОСТ 3116-77.

Кислота азотная, ч. ГОСТ 4461-77.

10% водный раствор уксусной кислоты.

10% водный раствор щелочного натрия.

20% водный раствор уксуснокислого свинца или 20% раствор основного уксуснокислого свинца в 5% уксусной кислоте /рН раствора путем добавления 10% раствора щелочного натрия, доводят до 5,4-5,6./.

Стандартные растворы бромпропилата в гексане, содержащие 100 и 1 мкг препарата в 1 мл. /Хранят в холодильнике, пригодны в течение 3 и 1 месяца соответственно/.

#### 2.3. Приборы и посуда.

Газовый хроматограф "Цвет-106" с детектором постоянной скорости рекомбинации. /Возможно использование другого типа хроматографа с аналогичным детектором/.

Аппарат для встряхивания.

pH-метр лабораторный.

Центрифуга /объем стаканов 80-100 мл/.

Посуда лабораторная / воронки делительные, воронки химические, стаканы химические, колбы конические со шлифом и притертой пробкой, чашки выпарительные, цилиндры мерные, пипетки/ по ГОСТ 23932-79Е.

#### 2.4. Подготовка к определению.

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

Отбор, хранение и доставку проб производят в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб ....", утвержденными заместителем Главного Государственного Санитарного врача СССР А.И. Замченко за № 2051-79 от 21 августа 1979 г.

##### 2.4.2. Подготовка силикагеля, используемого для очистки экстрактов.

Силикагель КСК /или КСС/ 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 водой, а затем дистиллированной водой до нейтральной реакции и удаления следов хлоридов /промывные воды контролируют азотнокислым серебром/. Промытый силикагель сушат при 140°C 6 часов, дробят и просеивают через сито 100 маш.

## 2.5. Проведение определения.

### 2.5.1. Экстракция препарата из анализируемой пробы.

10 г измельченной пробы заливают 30 мл ацетона и экстрагируют на аппарате для встряхивания 1 час или при периодическом перемешивании 16 часов. После этого экстракт отфильтровывают через слой белой ваты /50 мг/. Остаток в колбе промывают 15 мл ацетона.

### 2.5.2. Очистка экстракта.

К объединенному экстракту добавляют 20 мл дистиллированной воды и 1 мл 2% раствора уксуснокислого свинца. Процессы помещают в холодильник при  $-5 - 0^{\circ}\text{C}$  на 1 час. Затем осадок отделяют центрифугированием при 3 тыс. оборотах в течение 3 минут. Надосадочную жидкость сливают в делительную воронку. При необходимости /имеются твердые частицы на поверхности/ её дополнительно фильтруют через воронку с ватным тампоном. В делительную воронку добавляют 10 мл 10% уксусной кислоты и 75 мл дистиллированной воды. Бромпролилат разэкстрагируют из этой смеси 3 раза гексаном, используя каждый раз по 15 мл экстрагента. Объединенный экстракт промывают 15 мл 5% водного раствора ацетона и отфильтровывают гексан через воронку со слоем безводного сернокислого натрия в выпарительную чашку. /В суживающуюся часть воронки диаметром 5 см вводят тампон из белой ваты /50 мг/ и насыпают слой безводного сернокислого натрия – 1,5 см. Перед употреблением воронку промывают 10 мл гексана/. После этого через воронку пропускают ещё 5 мл гексана.

В выпарительную чашку добавляют по 200 мг окиси алюминия и силикагеля. Гексан выпаривают под тягой вытяжного шкафа. Пестицы вымывают из сухого остатка в чашке 10 мл смеси состоящей из 3 частей бензола и 1 части гексана. Для этого к сухому остатку в чашке приливают 5 мл указанной смеси растворителей и перемешивают содержимое стеклянной палочкой. Надосадочную жидкость отфильтровывают через воронку со слоем безводного сернокислого натрия в мерные пробирки. /В суживающуюся часть воронки диаметром 3 см помещают тампон из белой ваты /30 мг/ и насыпают слой безводного сернокислого натрия – 0,75 см/. Остаток в чашке и фильтр промываются ещё 2 раза, используя каждый раз по 2,5 мл смеси бензола с гексаном.

### 2.5.3. Газохроматографический анализ.

Прибор подготавливают к работе в соответствии с техническими требованиями. Расход газа /азот особой чистоты/: на колонку - 40 мл, на продувку детектора - 80 мл в минуту. Колонка стеклянная, длина - 1 м, диаметр - 4 мм. Рабочая температура: термостата испарителя - 225<sup>0</sup>С, колонки - 220<sup>0</sup>С, детектора - 240<sup>0</sup>С. В испаритель вводят до 10 мкл стандартного раствора или испытуемого экстракта. При необходимости испытуемый экстракт концентрируют до 2 мл. Время удерживания бромпропилата - 12 минут.

### 2.6. Обработка результатов.

Для количественного определения бромпропилата в пробе используют следующую формулу:

$$X = \frac{\text{Упр. х Ст. х Нпр. х 100}}{\text{У вв. х Нст. х Мпр. х 78}}$$

Где: X - содержание бромпропилата в мг на 1 кг.

Упр. - конечный объем экстракта в мл.

Ст. - количество нг бромпропилата введенное со стандартным раствором.

Нст. - высота пика стандарта /см/.

Увв. - количество экстракта введенного в хроматограф / в мкл/.

Нпр. - высота пика испытуемой пробы /см/.

Мпр. - масса пробы в г, взятая для анализа.

$\frac{100}{78}$  - коэффициент для внесения поправки на потери препарата в процессе обработки пробы.

### 3. Требования безопасности.

Требования безопасности общие для работы с химическими реагентами.

Методические указания разработаны:

Малинин Олег Алексеевич - к.х.н., старший научный сотрудник лаборатории фармакологии с токсикологией УНИИЭВ, г. Харьков.

## 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