

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

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТЕ-  
ЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, НОРМАХ И ВНЕ-  
ШНЕЙ 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, агро-химических, 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 Государственного  
санитарного врача СССР

\_\_\_\_\_ А.А.Замченко  
" 22 " октября 198<sup>1</sup> г  
№ 2463-П

## ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

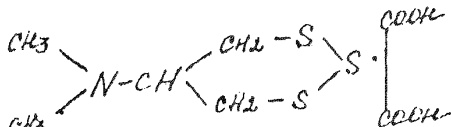
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ЭРИСЕКТА В РАСТИТЕЛЬНОЙ ПРОДУКЦИИ,  
ПОЧВЕ И В ВОДЕ ХРОМАТОГРАФИЕЙ В ТОНКОМ СЛОЕ

## 1. КРАТКАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА ПРЕДАРАТА

Г.И. Эвасект.

1.2. *N,N* -димотиламино-1,2,3-третиана оксилат

### 1.3. Структурная формула



Молекулярная масса 271,35

I.4. CAH-155.

1.5. Химически чистое соединение - трициклам-белое кристаллическое вещество без запаха с температурой плавления 125-128°C.

Растворимость при 25°C; в воде 8,4%, в метаноле 1,7%, в этаноле 0,19%. Практически нерастворим в других органических растворителях. Препарат среднетоксичен для теплокровных животных. ЛД<sub>50</sub> для крыс при оральном введении равно 300 мг/кг.

Выпускается в форме 90%-ного препарата и 5%-ных гранул.

## 2. МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЭВИСЕКТА

### 2.1. Основные положения

#### 2.1.1. Принцип метода

Метод основан на определении эвисекта хроматографией в тонком слое силикагеля после экстракции соединений и очистки экстракта путем перераспределения между двумя несмешивающимися жидкостями.

#### 2.1.2. Метрологическая характеристика метода

Минимально детектируемое количество 2-3 мкг.

Нижний предел определения 0,02-0,05 мг/кг

R - размах варьирования, % в растениях 70-95% = 25%

в почве 90 + 70 = 20%

в воде 70 + 100 = 30%

Среднее значение определения, %

в растениях 80,0

в почве 78,0

в воде 85,0

S - стандартное отклонение, %

в растениях 8,0

в почве 7,4

в воде 10,0

Доверительный интервал определения при R = 0,95 и n = 5%

для растений 80,0 ± 10,3

для почвы 78,0 ± 9,0

для воды 85,0 ± 12,9

#### 2.1.3. Избирательность метода

Метод специфичен, другие препараты в данных условиях хроматографирования определения не мешают.

## 2.2. Реактивы

Хлороформ, х. ч. ТУ 6-09-4263-76  
Этилацетат, х.ч. МРТУ 6-09-6515-70  
Эфир диэтиловый хч ГОСТ 6262-79  
Едкий натр, х.ч. ГОСТ 4328-77  
Висмут азотнокислый, чда ГОСТ 4110-75  
Ацетон х.ч. ГОСТ 2603-79  
Н-Гексан х.ч. МРТУ 6-09-2937-66  
Калий иодистый х.ч. ГОСТ 4232-74  
Натрий серноокислый безводный, чда ГОСТ 4166-76  
Силикагель д/м 5/40 (ЧССР)  
Кислота соляная, х.ч. ГОСТ 3118-77  
Палладий двухлористый, ч. МРТУ 6-09-1964-64  
Гипс чда, ГОСТ 3210  
Кислота серная, х.ч. ГОСТ 4204-77  
Эвисект

2.2.1. Приготовление стандартного раствора. 10 мг химически чистого эвисекта растворяют в 100 мл этанола.

### 2.2.2. Проявляющие реагенты

1. 0,85 г азотнокислого висмута растворяют в смеси 40 мл дистиллированной воды и 100 мл 40%-ной серной кислоты. Затем прибавляют раствор, состоящий из 8 г иодистого калия в 20 мл воды. К 6 мл полученного раствора приливают 6 мл 40%-ной серной кислоты и объем доводят водой до 25 мл.

2. Раствор хлористого палладия. 0,2г реактива помещают в колбу на 100 мл, прибавляют 40-50 мл 0,01 н соляной кислоты, колбу опускают на 10-15 минут в водяную баню при 60-70°C. После полного растворения реактива, объем доводят 0,01 н HCl до 100 мл. После опрыскивания хроматограмму помещают под источник УФ-света.

### 2.3. Приборы, аппаратура и посуда

Аппарат для встряхивания АВУ-1 ТУ 64-1-1081-73

Испаритель ротационный ИР-1М, ТУ 25-11-917-74

Воронки делительные ВД-3-250 ГОСТ 8613-75

Колбы конические нормального шлифа ГОСТ 10394-72

Колбы остродонные ОНТ-50-14/23 ТС ГОСТ 10394-72

Колбы мерные, 100 мл ГОСТ 1770-74

Камера для хроматографирования ГОСТ 10565-73

Камера для опрыскивания ТУ-11-430-70

Пulьверизатор стеклянный ГОСТ 1770-74

Микропипетка на 0,1; 0,2 мл ГОСТ 1770-74

Баня водяная ТУ-46-22-608-72

Сушильный шкаф

Источник УФ-света типа ПРК-4

### 2.4. Подготовка к определению

#### 2.4.1. Приготовление пластинок

Для приготовления сорбционной массы из силикагеля на 10 пластинок 9 x 12 см берут 35 г силикагеля, 2 г гипса и 90 мл дистиллированной воды. Силикагель с гипсом растворяют в фарфоровой ступке, прибавляют воду и размешивают до образования однородной массы. 10 г суспензии наносят на пластинку и равномерно распределяют по поверхности. Сушат пластинки в горизонтальном положении в течение 18-20 часов при комнатной температуре.

#### 2.5. Отбор проб

Отбор проб производится в соответствии с унифицированными правилами отбора проб для определения макроколичеств пестицидов в сельскохозяйственной продукции, продуктах питания и объектах окружающей среды, утвержденные заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР №2051-79.

## 2.6. Проведение определения

### 2.6.1. Экстракция

Вода. Пробу воды 200 мл помещают в делительную воронку водным раствором аммиака или 1 н раствором сухого натра доводят pH до 10. Экстракт экстрагируют тремя порциями этилацетата по 40 мл в течение 5 минут. Объединенный экстракт сушат безводным сернокислым натрием. Концентрируют на ротационном испарителе до небольшого объема (0,2-0,3 мл) при температуре воды около 50°C. Остаток удаляют в токе воздуха.

Почва. 100 г измельченной почвы помещают в коническую колбу, приливают 80 мл смеси ацетона с 10%-ным раствором бикарбоната натрия, в соотношении 1 : 1 по объему. Экстракцию проводят путем встряхивания в течение 30 минут. Водноацетоновый слой осторожно отфильтровывают в делительную воронку через складчатый бумажный фильтр. Экстракцию повторяют еще раз. Экстракт объединяют.

Растительный материал. 25-40 г растительного материала (травы, ботва и клубни картофеля, корни сахарной свеклы) помещают в коническую колбу емкостью 250 мл. Экстрагирование проводят путем встряхивания в течение 20 минут. Экстракт отфильтровывают через бумажный фильтр. Экстракцию повторяют еще два раза.

2.6.2. Очистка экстракта. Объединенный экстракт помещают в делительную воронку. pH раствора доводят концентрированной соляной кислотой до 2-3.

В воронку приливают 25-30 мл хлороформа и встряхивают в течение 3-х минут. После разделения слоев хлороформ отбрасывают. Очистку хлороформом повторяют еще два раза.

pH очищенного раствора водным раствором аммиака доводят до 10.

Экстракцию эквивалента проводят тремя порциями этилацетата по 40-50 мл в течение 5 минут. Экстракт объединяют, сушат безводным



сернистым натрием и концентрируют на ротационном испарителе до объема 0,2-0,3 мл. Остаток удаляют в токе воздуха.

### 2.6.3. Условия хроматографирования.

Сухой остаток растворяют в небольшом объеме этанола (0,2-0,3 мл) и наносят на хроматографическую пластинку на расстоянии 2-х см. от нижнего края. Стенки колбы тщательно смывают несколькими каплями того же растворителя, который наносят в центр пятна. Справа наносят стандартные растворы препарата. Пластинку сначала хроматографируют в диэтиловом эфире, а затем в системе подвижных растворителей гексан: ацетон-2:1 по объему или ацетон: хлороформ - 1:2.

После подъема фронта подвижного растворителя на высоту 10 см пластинку вынимают из камеры, подсушивают на воздухе и проявляют одним из проявляющих растворов. Величина *R<sub>f</sub>* эвисекта в данных условиях хроматографирования составляет 0,50 - 0,55 или 0,80 (ацетон-хлороформ 1:2).

### 2.7. Обработка результатов анализа.

Количественное определение проводят путем сравнения площади пятен пробы с наиболее близкой к ней площадью стандартного раствора. Содержание препарата в анализируемой пробе, мг/кг; мг/л рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{A \cdot S_x}{S_s \cdot \rho}$$

где:  $X$  - содержание эвисекта в пробе, мг/кг; мг/л;

$A$  - количество стандартного раствора препарата, мкг;

$S_x$  - площадь пятна стандартного раствора, мм<sup>2</sup>;

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

$\rho$  - вес или объем пробы, взятой для анализа, г, мл.

### 3. Требования безопасности

Соблюдать требования безопасности, обычно рекомендуемые для работы в химических лабораториях с органическими растворителями.

4. Настоящие методические указания разработаны кандидатом с/х наук Красных А.А., Павловой Л.Г. (Всероссийский НИИ защиты растений, пос. Рымов, Воронежской области, ВНИИЗР).

## С О Д Е Р Ж А Н И Е

### ХЛОРООРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

	Стр.
1. Временные методические указания по определению ХОП (ДДТ, ДДЭ, ДД, -ГХЦГ) в рыбе и рыбной продукции методом газожидкостной хроматографии.	I
2. Методические указания по определению ХОП и сим- триазиновых пестицидов при их совместном присут- ствии в почве с помощью ГЛХ.	12
3. Временные методические указания по определению остаточных количеств митрана в воде, сливах и Яблоках методом ТСХ.	23

### ФОСФОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

1. Методические указания по определению афоса в воз- духе рабочей зоны методами ГЛХ и ТСХ.	29
2. Временные методические указания по определению боя- стара 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- аминометилфосфоновой кислоты методом хро- матографии в воде, почве, растительном материале.	46
4. Методические указания по определению остаточных ко- личеств дурсбана в воде, почве, лесной растительности и биосредах методом ТСХ.	54
5. Временные методические указания по определению каун- тора 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-  
лектрона 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 розараля 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 ГЛХ.   | 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 ГЛХ и ТСХ в почве, воде, корнеплодах и листьях сахарной свеклы. | 195 |
| 2. Временные методические указания по определению бромпропилата(неорона) в яблоках и citrusовых методом газовой хроматографии.            | 206 |
| 3. Временные методические указания по определению иллоксана в воде и почве методом ГЛХ.   | 211 |
| 4. Временные методические указания по хроматографическому определению изатрина в почве и воде.  | 217 |

5. Временные методические указания по определению омаита методами ГЛХ 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 ГЛХ.	247
Дополнения	258

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

Типография ВАСХНИЛ