

**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 XV-я

Москва — 1984 г.

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

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 ~ 1984 г

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 д.б.н. М.А.Клисенко).

Методические указания согласованы и одобрены отделом перспективного планирования санэпидслужбы ИГиЛ им.Маршановского Е.И. и Лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

Л.Г.Александрова, Д.Б.Гиренко, В.В.Анатко (секретарь),
М.А.Клисенко (председатель), Г.И.Короткова, В.Е.Кривенчук,
М.В.Письменная (зам.председателя), Г.А.Хохолькова.

" УТВЕРЖДАЮ "

Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР

А.И. Заиченко

"28 " декабря 1982 г.

№ 2652-82.

Методические указания
по определению ТИОДАНА в растительных
маслах методом газо-жидкостной хроматографии.

I. Краткая характеристика препарата

Физико-химические свойства тиодана и продуктов его превращения изложены в сборнике "Методы определения микроколичеств пестицидов в продуктах питания, кормах и внешней среде", ч.Х., стр. 10-11. МДУ в хлопковом масле 0,05 мг/кг.

2. Методика определения тиодана

2.1. Основные положения

2.1.1. П р и н ц и п метода.

Метод основан на экстракции тиодана из растительного масла н-гексаном (жидким или парами) и последующей колоночной очистке полученных экстрактов. Идентификация и количественное определение проводится с помощью метода газо-жидкостной хроматографии. Среднее значение определения 70-75%.

2.2. Р е а к т и в ы и р а с т в о р ы.

н-гексан, х.ч., перегнанный дважды; ТУ 6-09-3375-78
диэтиловый эфир, ч., перегнанный;
кислота серная, х.ч., уд.вес 1,84; ГОСТ 4204-77
натрий серноокислый, х.ч., безводный; ГОСТ 4166-76
смесь диэтилового эфира с н-гексаном 15:85;
кремний окись для люминофоров, ч., растирают в ступке;
стекловата, очищенная концентрированной серной кислотой
и промытая дистиллированной водой, высушенная;
стандартные растворы тиодана в н-гексане 0,04 мкг/мл
и 0,1 мкг/мл;
газ-носитель - азот особой чистоты; ГОСТ 9293-74
твердый носитель - хроматон № АW-ДИМС', 80-100 меш с
5% неподвижной фазы - метилсилоксан / Е-30.

Для приготовления насыщенного раствора безводного серно-кислого натрия в серной кислоте навеску 100 г безводного серно-кислого натрия растворяют в 1 л серной кислоты.

Для приготовления окиси кремния помещают в фарфоровую ступку и при растирании заливают одной объемной частью серной кислоты. Пропитку кислотой производят непосредственно перед употреблением.

Приготовление хроматографической колонки для анализа растительного масла: 1 см. стекловаты, нижний сухой слой окиси кремния 6 см., верхний слой окиси кремния, пропитанный серной кислотой 3 см.

При заполнении колонки каждый слой последовательно промывают гексаном (всего 20-30 мл).

2.3. Приборы и посуда

хроматограф "Цвет-5" (или другой марки) с детектором по захвату электронов,

колонка хроматографическая стеклянная длиной 1 м и внутренним диаметром 3 мм,

микрошприц на 1 мкл,

ротационный испаритель ИР-1, ТУ 25-II-917-74

термостатируемый экстрактор (см. схему),

термометры контактные,

колонки стеклянные хроматографические, диаметр 15 мм, высота 150 мм,

колбы круглодонные на 100 и 250 мл. ГОСТ 10394-72

воронки химические, ГОСТ 8613-75

цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74

пикнометры на 5 мл и 10 мл,

пипетки на 5 мл и 1 мл, ГОСТ 1770-74

шприцы медицинские на 1 мл;

2.4. Отбор проб и подготовка к определению

Отбор проб производится в соответствии с унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения

микроколичеств пестицидов, утвержденных Заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР № 2051-79 от 21.08.79г.

2.5. Проведение определения

2.5.1. Экстракция и очистка экстрактов.

Из тщательно перемешанного растительного масла отбирают медицинским шприцом 2,5 мл, переносят в пикнометр на 5 мл., доводят объем до 5 мл н-гексаном в пикнометре и энергично перемешивают. 1 мл исследуемого раствора медицинским шприцом на 1 мл медленно вводят через инжектор в термостатируемый экстрактор, нагретый до 245°C , при одновременном поступлении в него паров гексана. Одновременно, в место ввода пробы в ту же экстракционную трубку подаются пары гексана со скоростью 2 мл/мин (в пересчете на жидкость). Выходящие из экстракционной трубки пары конденсируются в приемнике, охлаждаемом льдом, предварительно заполненном на 1/3 объема н-гексаном. Экстракция длится 16 минут, после чего полученный конденсат (около 100 мл), собранный в круглодонной колбе, концентрируют на ротационном испарителе до объема 30 мл, пропускают через колонку (см.приготовление колонки), которую затем промывают с помощью 50 мл смеси н-гексана и диэтилового эфира.

Из очищенного экстракта растворитель досуха отгоняют на ротационном испарителе. После этого в отгонную колбу немедленно пипеткой вводят 1 мл н-гексана, распределяя его тонкой пленкой по поверхности колбы, начиная от ее горлышка.

2.5.2. Идентификация и количественное определение.

5 мкл полученного раствора вводят в инжектор газового хроматографа.

Условия хроматографирования

Стеклянная хроматографическая колонка 1 м х 3 мм
Носитель - хроматон К Аи-ДМС, пропитанный 5% SE-30,
80-100 меш.

Температурные режимы: испарителя - 240°C ; колонки - 200°C ;
детектора - 250°C .

Скорость газе-носителя - 80 мл/мин.

Рабочая шкала электрометра - 2,5. 10 А-II

Напряжение, подаваемое на детекторную систему - 120 в.

Скорость протяжки ленты 10 мм/мин.

Времена удерживания при данных условиях хроматографирования:

α - тиодан - 2' 24"

β - тиодан - 3' 15"

2.6. Обработка результатов анализа.

Количество препарата вычисляют по формуле.

$$x = \frac{C \cdot S_2 \cdot V_2}{S_1 \cdot V_1 \cdot \rho}, \quad \text{или} \quad X = \frac{C \cdot H_2 \cdot V_2}{H_1 \cdot V_1 \cdot \rho}$$

где: X - количество препарата, мг/л или мг/кг;

C - количество препарата в стандартном растворе, введенном в хроматограф, мкг;

S_1 - площадь пика стандартного раствора препарата, введенного в хроматограф, мм²;

H_1 - высота пика стандартного раствора, введенного в хроматограф, мм;

S_2 - площадь пика препарата в пробе, мм²;

H_2 - высота пика препарата в пробе, мм;

V_1 - объем экстракта, введенного в хроматограф, мкл;

V_2 - общий объем экстракта после упаривания, мл;

ρ - масса или объем анализируемой пробы, мл. или г.

Метрологическая характеристика метода :

Минимально детектируемое количество в хроматографируемом объеме (5 мкл):

α - тиодан - 0,1 нг; β - тиодан - 0,2 нг.

Линейность детектирования соблюдается в пределах от 0,1-5,0 нг.

Чувствительность метода :

α - тиодан - $1 \cdot 10^{-2}$ мг/л; β - тиодан - $2 \cdot 10^{-2}$ мг/л.

3. Методические указания подготовлены Беловой А.Б., Новиковой И.В., Лужиковой Г.А. (ВНИИ жиров, г. Ленинград).

СОДЕРЖАНИЕ

ГАЛОИДОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

	стр
1. Временные методические указания по газохроматографическому определению альфа-3 в почве, воде и растительном материале	I
2. Временные методические указания по определению даконила в растительной продукции, почве и воде тонкослойной и газожидкостной хроматографией	8
3. Временные методические указания по определению дактала в эфирных маслах методом газожидкостной хроматографии	14
4. Методические указания по определению остаточных количеств далапона в воде, почве, моркови, винограде и в хлопковых семенах тонкослойной хроматографией	19
5. Методические указания по определению ДД и ДДБ в почве методом газожидкостной хроматографии	27
6. Временные методические указания по фотоэлектроколориметрическому определению глифтора в органах и тканях животных	35
7. Методические указания по определению пентадина методом газожидкостной хроматографии в семенах и зеленой массе люпина ордоса .	43
8. Временные методические указания по определению сумицидина в корневых клубнеплодах, молоке, растениях, почве методом газожидкостной хроматографии.	52
9. Временные методические указания по определению тиодана и продуктов его превращения в мясе, органах и тканях животных хроматографическими методами	58
10. Методические указания по определению тиодана в растительных маслах методом газожидкостной хроматографии	65
11. Временные методические указания по определению остаточных количеств тотрила в луке зеленом, репчатом методом тонкослойной хроматографии	69

ФОСФОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

1. Методические указания по определению фосфорорганических пестицидов (дифос, ДДВФ, хостаквик, цианокс, циодрин) в почве хромато-энзимным методом 74

АЗОТСОДЕРЖАЩИЕ ПЕСТИЦИДЫ

1. Временные методические указания по определению бутылкап-такса в почве, воде и растительном материале методом газожид-костной хроматографии 83
2. Временные методические указания по определению остаточ-ных количеств дифенамида в почве, растениях и эфирных мас-лах ^{карбодиа} газожидкостной хроматографией 90
3. Временные методические указания по определению дефоли-анта дронпа методом хроматографии в тонком слое в волокнах, листьях, семенах хлопчатника и в почве 96
4. Временные методические указания по определению остаточ-ных количеств картоцида (фитона) в картофеле, огурцах, тома-тах луке, свекле и воде методом тонкослойной хроматографии. 102
5. Временные методические указания по определению КН-77 в воде методом тонкослойной хроматографии 107
6. Временные методические указания по определению липу-рона и лирониона в луке зеленом, репчатом методом тонко-слойной хроматографии 113
7. Временные методические указания по определению мети-рама в растительных образцах (яблоках, огурцах, томатах) газохроматографическим методом 121.
8. Временные методические указания по определению мита-ка в растительном материале, почве, воде, органах, тканях и молоке животных методами тонкослойной и газожидкостной хроматографии 129
9. Временные методические указания по определению нимро-да в почве, воде, огурцах методом тонкослойной хроматографии 136

10. Временные методические указания по определению роданида натрия в семенах подсолнечника и воде методом тонкослойной хроматографии.	144
11. Временные методические указания по определению рубигина в яблоках и огурцах хроматографическим методом	149
12. Временные методические указания по определению остаточных количеств сангора в воде, почве и в растительных объектах методом газожидкостной хроматографии	155
13. Временные методические указания по определению стомпа в воде, почве и растительных объектах методами газожидкостной, тонкослойной хроматографии и УФ-спектрофотометрии	167
14. Временные методические указания по определению сумилекса в воде, почве, семенах подсолнечника и биосредах методом тонкослойной хроматографии	183
15. Временные методические указания по определению остаточных количеств суффикса в почве хроматографическими методами	193
16. Временные методические указания по определению ТИ-78 в клубнях картофеля и воде	199
17. Методические указания по определению остаточных количеств табигарена в почве тонкослойной хроматографией	205
18. Временные методические указания по определению томилона в воде, почве и растительном материале методами тонкослойной и газожидкостной хроматографии	211
19. Временные методические указания по определению ФДН / KI, KI -диметил-KI-(3-хлорфенил)-гуанидина / в почве методом тонкослойной хроматографии	218
20. Методические указания по определению фенилмочевинных гербицидов (фенурон, которан, монурон, диурон, арезин, линурон, паторан, малоран) в почве, растительном материале и овощах методом газожидкостной хроматографии	225
21. Методические указания по определению фенилмочевинных гербицидов (фенурона, которана, монурона, диурана, дикурана, дозанекса, тенорана, фалорана, арезина, линурона, паторана, малорана) в воде, почве, растительной массе, овощах методом тонкослойной хроматографии	254
22. Методические указания по хроматографическому определению фенмедифама (бетанала) в воде, почве, сахарной свекле и биологических средах	244

ОЛОВООРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

1. Временные методические указания по определению перофалла в яблоках и почве методом тонкослойной хроматографии 257
2. Временные методические указания по определению действующего вещества препарата фликтран и его метаболитов (окись дихлоргексифлорозона, хлоргексифлорозоновая кислота) в воде, почве и растительном материале хроматографическим методом и неорганического олова в тех же средах спектрофотометрическим методом 263

РАЗНОЕ

1. Методические указания . Общие требования к методикам измерения концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны 273

Л - 64298 от 200385, Тираж 2000 экз., Заказ № 1020

Типография ВАСХНИЛ