

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

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

ЧАСТЬ XIV-я

Москва - 1984

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 биоспрепаратов 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.

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

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ :

Л.Г. Александрова, Д.В. Гиренко, А.А. Калинина (секретарь),
М.А. Клисенко (председатель), Г.И. Короткова, Г.А. Ххолькова (зам. председателя), В.Е. Кривенчук.

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного Государственного санитарного врача СССР

----- А.И.ЗАМЧЕНКО

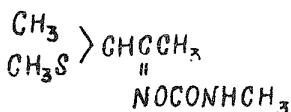
"12" мая 1963 г.

№ 2789-63

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по хроматографическому определению буто-
карбоксимиа в почве, воде и растительном
материале.

I. Краткая характеристика препарата



М.м. 197,27

бутокарбоксим, дракин - 755 (0-(N-Метилкарбамоил)-2-метилтио-
бутанон-3-окоим)

Коричневая, вязкая жидкость с неприятным запахом, при низкой температуре-кристаллы. Т.пл. 32-37°C, хорошо растворим в большинстве органических растворителей, растворимость в воде 1-2%. По данным УзНИИСГиПз препарат относится к III классу опасности-ЛД₅₀ для крыс 310 мг/кг. ПДК в воде 0,1 мг/л.

Бутокарбоксим - инсектицид и акарицид системного действия, применяется против растительноядных клещей, тлей, трипсов и кокцицид в дозировках I-I,5 и 2,5 кг/га на посевах хлопчатника.

2. Методика определения бутокарбоксима в почве,
воде и растительном материале

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Методика основана на хроматографии бутокарбоксима в тонком слое силикагеля в системе гексан-бензол-ацетон или хлороформ-гексан-ацетон после экстракции его хлороформом и обнаружении зон локализации препарата:

- а) раствором марганцевокислого калия с последующим нагреванием пластиинки;
- б) парами иода;
- в) при облучении пластиинки ультрафиолетовым светом с длиной волны 245 нм.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода

Предел обнаружения в мкг - 1 мкг

Предел обнаружения в воде - 0,005 мг/л,

в почве - 0,02 мг/кг,

в растительном материале - 0,04 мг/кг

Среднее значение определения в воде - 91%,

в почве - 86,3%,

в растительном материале - 87,2%

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

в воде \pm 4,7%,

в почве \pm 8,8%

в растительном материале \pm 9,1%

2.1.3. Избирательность метода - ГХЦГ, ДДТ, толуин, базудин,

хлороформа и определению не мешают.

2.2. Реактивы и материалы

Бутикарбоксим, х.ч., стандартный раствор, содержащий 100 мкг/мл хлороформа; 0,01 г бутикарбоксигма доводят до метки хлороформом в мерной колбе на 100 мл, раствор устойчив 1 месяц, при условии хранения в холодильнике.

Хлороформ, х.ч., ГОСТ 215-74

Гексан, ч., ТУ 6-09-3375-73

Ацетон, х.ч., ГОСТ 2603-71

Бензол, х.ч., ГОСТ 5955-75

Калий марганцовокислый, ч.д.а., ГОСТ 490-75, 0,3% водный раствор

Иод кристаллический, ч.д.а., ГОСТ 4159-64

Натрий сернокислый, безводный, ч.д.а., ГОСТ 4166-76

2.3. Приборы, аппаратура, посуда

Камера для хроматографирования, ГОСТ 10565-63

Камера с парами иода (10-20 г. кристаллического иода смачиваются водой и помещаются на дно герметически закрытой камеры).

Аппарат для встряхивания, ТУ 6421-1081-73

Хроматографические пластинки "Силуфол - ИВ-254" (Хемапол ЧССР)

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

Микроприцы или микропипетки, ГОСТ 20292-74

Делительные воронки, ГОСТ 8613-75

Посуда лабораторная, ГОСТ 1770-74

Пульверизаторы стеклянные для обработки пластинок

Фильтры для тонких осадков

2.4. Отбор проб

Отбор проб должен проводиться в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов".

2.5. Подготовка к определению

ВОДА. Воду фильтруют от механических примесей и отбирают среднюю пробу 200 мл.

ПОЧВА. Средняя пробы растирается в ступке и просеивается через сито 0,5-1 мм. Из просеянной пробы берется на анализ 50 гр.

Растительный материал. Листья, отебли хлопчатника измельчают измельчители и отбирают для анализа 25 гр.

Хроматографические пластинки активируют в течении двух часов при 120-130⁰С в сушильном шкафу, хранят в экскаторе.

Систему подвижных растворителей готовят за 20 минут до хроматографии: а) гексан-бензол-ацетон, в соотношении 10:1:3

б) хлороформ-гексан-ацетон в соотношении 5:4:1

2.6. Проведение определения

2.6.1. ПОЧВА. 50 г воздушно-сухой почвы, измельченной, просеянной через сито с диаметром отверстий 0,5 мм, помещают в коническую колбу, увлажняют 10 мл воды, заливают 50 мл хлороформа, встряхивают на аппарате для встряхивания в течении 15 минут и фильтруют после отстаивания через плотный фильтр со слоем б/в сернокислого натрия (8-10 гр), операцию повторяют дважды, обрабатывая почву по 50 мл хлороформа, экстракты объединяют и упаривают на водяной бане при 60⁰С или концентрируют с помощью вакуумного испарителя при 30⁰С до объема 0,2 мл.

2.6.2. ВОДА. 200 мл воды помещают в делительную воронку, трижды экстрагируют 50, 20, 10 мл хлороформа в течении 10 минут. Экстракты объединяют, сушат 8–10 г б/в с риокислого натрия в течении 10 минут и фильтруют через плотный бумажный фильтр, промывают фильтр 10 мл хлороформа и упаривают до объема 0,2 мл, как описано выше.

2.6.3. Растительный материал. Измельченную пробу помещают в коническую колбу заливают 50 мл хлороформа, встряхивают на аппарате для встряхивания в течении 10 мин и фильтруют через плотный фильтр со слоем б/в сернокислого натрия (8–10 г), операцию повторяют еще дважды, обрабатывая пробу 50 мл хлороформа. Экстракты объединяют и упаривают на водяной бане при 60°C или концентрируют с помощью вакуумного испарителя при 30°C до объема 0,2–0,3 мл.

2.7. Хроматографирование

На силуфоловую пластинку экстракт количественно наносят при помощи капиллярной пипетки так, чтобы диаметр пятна не превышал 1 см. Центр пятна должен быть на расстоянии 1,5 см от нижнего края пластинки. Колбочку с экстрактом 2–3 раза смывают небольшими (0,1–0,2 мл) порциями хлороформа и наносят в центр первого пятна. Справа и слева от пробы на расстоянии 2 см наносят стандартные растворы бутокарбоксимида, содержащие 5, 10 или 20 мкг препарата.

Пластинку помещают в хроматографическую камеру, в которую за 20–30 минут до хроматографирования залита смесь растворителей: гексан–бензол–ацетон (10:1:3) или хлороформ–гексан–ацетон

(5:4:I). Смесь заливается в количестве, обеспечивающем погружение пластинки на 0,5 см.. После того как фронт растворителя поднимется на 10 см, пластинку вынимают и оставляют на 10-15 мин на воздухе для испарения подвижного растворителя.

Затем пластинку обрабатывают одним из проявляющих реактивов:

а) 0,3% водным раствором марганцевокислого калия с последующим нагревом пластинки над электрической плиткой в течении 1-2 минут; на розовом фоне проявляется желтое пятно бутокарбоксина с $R_f = 0,3 \pm 0,05$;

б) пластинку выдерживают несколько минут в камере с парами иода. Препарат проявляется в виде коричневых пятен на светлом фоне;

в) в УФ-свете при 254 нм бутокарбоксим проявляется на пластинке в виде серых флуоресцирующих пятен на зеленом фоне.

2.8. Обработка результатов анализа

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

Концентрацию бутокарбоксина Х в (мг/кг) или (мг/л) вычисляют по формуле

$$X = \frac{A}{P}, \text{ где:}$$

A - количество бутокарбоксина, найденное в анализируемой пробе, мкг;

P - навеска анализируемой пробы: почвы и растительного материала (в г), воды (в мл).

3. Требования безопасности

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

УII. Разработчики.

Методические указания подготовлены: Ахуновой Н.Ш., Чола В.Д., и Кур Д.А.

Узбекский НИИ санитарии, гигиены и профзаболеваний, г.Ташкент

СОДЕРЖАНИЕ

I. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ В
ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ:

	стр.
Агелона и ситрина	3
Актеллика и примисида	8
Алара	13
Бензоилпропиатла и этилового эфира N-3,4-дихлор- фенилаланина	17
Беномила и БМК	22
Бентазона	30
Биоресметрина	35
Болстара	40
Бронокота	48
Бутилкаптакса	52
Бутокарбоксима	59
Гидрела	63
ГМК-Na	66
Даконила	70
Диазинона, эптами, гамма-изомера ГХГ, фенмединифама, ленапила, фосфамида и пиразона	77
Дигидрэла	89
Диквато	93
Зоокумагина	97
Карбофурана	100
Крошетона	104
Менида и 3-хлор-4-метилэнапиана	108
Метазина и компонентов тиробицидной смеси "карагард" .	113
Митака	118
Офунака	124
Пликтрана	128
Ратнидана	132
Раунидана	138
Ровраля	143
Розалина	148
Синтетических пяретроидов (амбуш, декс, рипкорд, суминидин)	154
Стомпа	161

	стр.
Сумилекса	166
Томилона	173
Триморфамида	180
Фекама-трибуфона	186
Фталана	192
Препарата 242 и металлического хлорида (МХ)	200
Хостаквика	206
Эдила	210
 П. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЬЙ СРЕДЕ	
 Хлорогранические пестициды	
Методические указания по определению остаточных количеств гексахлорана (линдана) в сушеном картофеле полярографическим методом	218
 Фосфорогранические пестициды	
Методические указания по определению дифоса (абата) в продуктах животного происхождения методом тонкослойной хроматографии	218
Методические указания по определению метафоса, фосфамида и хлорофоса в сушеных овощах и плодах (картофель, морковь, петрушка, яблоки, груши, слива) методами тонкослойной и газо-жидкостной хроматографии	223
Временные методические указания по определению метилнитрофоса, фенитрооксона и п-нитрокрезола в лесной растительности и почве тонкослойной хроматографией	241
Методические указания по определению трихлорметафоса-З и его метаболитов в биоматериале методом газо-жидкостной хроматографии	252

Автоодержание пестицида	стр.
Методические указания по хроматографическому определению буторакбоксона в почве, воде и растительном материале	260
Методические указания по определению ,IMK-Na, гидрела, дигидрела методом спектрофотометрии в воде, растительном материале (томаты, блоки, свекла).	267
Временные методические указания по определению лонтре-ла в воде, почве и растениях методом газо-жидкостной хроматографии	275
Временные методические указания по определению павлана методом газо-жидкостной хроматографии в почве, табаке и в табачном дыме	285
Временные методические указания по определению розалина в растительных объектах, воде и почве хромато-спектрофотометрическим методом	296
Методические указания по определению трефлана в воде, почве, томатах и капусте методом УФ-спектро-Фотометрии с использованием тонкослойной хроматографии	305
Методические указания по фотометрическому определению эдила в воде, растительном масле, семенах подсолнечника, траве	311
Методические указания по определению остаточных количеств пинеба в сушеных овощах и плодах фотометрическим методом	317
Биопрепараты	
Временные методические указания по определению остаточных количеств препарата вирин-диприона на растительных объектах ИФ-методом	325
Временные методические указания по определению остаточных количеств биопрепарата вирин-КШ на растительных объектах иммуно-флуоресцентным методом.	331