

**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 ИГиЛТИ им.Маршановского Е.И. и Лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

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

"УТВЕРЖДАЮ"

Зам. Главного Государственного
санитарного врача СССР

_____ А. И. ЗАМЧЕНКО

"12" мая 1983 г.№ 2783-83

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

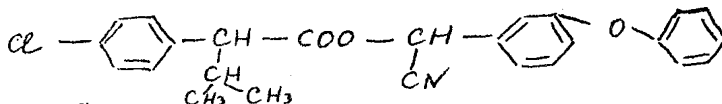
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ СУМИЦИДИНА В КОРНЕКЛУБНЕЦАХ, МОЛОКЕ,
РАСТЕНИЯХ, ПОЧВЕ МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

I. КРАТКАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА ПРЕПАРАТА

I.1. Сумицидин.

I.2. α' -циано-3-феноксипензил-2(4-хлорфенил)-3-метилбутират.

I.3. Структурная формула



I.4. S - 5602, OMS - 200, фенвалерат, W/A - 43775, D-43675.

I.5. Химически чистое соединение - светло-желтая маслянистая жидкость; температура плавления 23°C. Растворяется в ацетоне, этиловом спирте, ксилоле, керосине.

Сумицидин относится к препаратам средней токсичности для теплокровных животных. LD₅₀ при оральном введении для крыс 45I мг/кг.

Используется 20%-ный концентрат эмульсии препарата.

2. МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУМИЦИДИНА

2.1. Основные положения.

2.2. Принцип метода.

Метод основан на извлечении сумицидина из почвы, зеленой травы, корнеклубнеплодов, тканей и молока животных бензолом, очистке экстрактов путем осаждения восков и жира вымораживанием

с дополнительной очисткой на колонках с силикагелем АСК. Количественное определение проводят на газовом хроматографе с детектором по захвату электронов.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода

Минимально детектируемое количество - 0,2 нг

Нижний предел определения, мг/кг, мг/л

почва	- 0,020
растения	- 0,028
органы и ткани	- 0,025
молоко	- 0,025
корнеклубнеплоды	- 0,015

размах варьирования, %

почва	- 86-95
растения	- 87-96
органы и ткани	- 90-97
молоко	- 90-97,4
корнеклубнеплоды	- 92-95

среднее значение определения, %

почва	- 92,0
растения	- 91,0
органа и ткани	- 93,3
молоко	- 94,5
корнеклубнеплоды	- 95,0

стандартное отклонение, %

почва	- 2,5
растения	- 3,73
органы и ткани	- 3,23
молоко	- 3,35
корнеклубнеплоды	- 2,1

Доверительный интервал среднего при $P=95$ $n=5$

почва	- 92 ± 2,5
растения	- 91 ± 3,73

органич. и транш.	- 93,3 ± 3,23
молока	- 94,5 ± 3,35
корнеклубнеплоды	- 95,0 ± 2,1

2.1.3. Избирательность метода

Метод специфичен. Фосфорорганические и хлорорганические пестициды при данных условиях хроматографирования определению не мешают.

2.2. Реактивы и растворы

Бензол, ч.д.а., ГОСТ 5955-79

Н-гексан, х.ч., ТУ 6-09-3375-78

Ацетон, х.ч., ГОСТ 2603-79

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

Силикагель АСК

Насадка 5%-ная *SE-30* на хроматоне-*N-AW-DMC*

Стандартный раствор сумицида в ацетоне с содержанием I мгт в I мл (срок хранения 6 месяцев в холодильнике)

Азот особой чистоты в баллонах, ГОСТ 9293-74

2.3. Посуда и приборы

Аппарат для встряхивания АБУ-I, ТУ 64-11081-83

Фарфоровые выпарительные чашки

Воронки делительные ВД-3-25Р, ГОСТ 8613-75

Сушильный шкаф, ТУ 16-531-299-71

Кубы мерные на 100 мл, ГОСТ 1770-74

Воронки химические, ГОСТ 8613-75

Микрошплетки 0,1 мл, 0,2 мл, ГОСТ 20292-74

Газовый хроматограф с детектором по захвату электронов

Микрошприц на 10 мкл ММ-10

Колонка хроматографическая стеклянная длиной 1000 мм и внутренним диаметром 3 мм

Колонка стеклянная для очистки экстрактов 200x15 мм

Вата гигроскопическая

Бумажные фильтры, ТУ 6-09-1678-77

Холодильник любой марки.

2.4. Подготовка к определению

2.4.1. Подготовка колонки для очистки экстрактов

В стеклянную колонку помещают небольшой тампон гигроскопической ваты, затем 1 г сернистого натрия (безводного), сверху насыпают 5 г силикагеля АСК. Силикагель АСК перед употреблением выдерживают в сушильном шкафу при $t = 140^{\circ}\text{C}$ в течение 4-х часов. Колонку предварительно промывают 50 мл гексана или бензола.

Подготовка хроматографической колонки

Стеклянную колонку длиной 1000 мм с внутренним диаметром 3 мм, заполняют с помощью вакуумного насоса готовой набивкой SE-30 5% на хроматоне N-AW-DMS. Колонку кондиционируют при $t = 230^{\circ}\text{C}$ и скорости азота, продуваемого через колонку, 75мл/мин.

2.4.2. Отбор и подготовка проб

Отбор проб производится в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб для определения микроколичеств пестицидов в сельскохозяйственной продукции, продуктах питания и объектах окружающей среды", утвержденными Заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР 21.08.1979 г. № 2051-79.

2.5. Проведение определения

2.5.1. Экстракция сумицидина из проб

Пробу почвы, измельченной зеленой травы, картофеля, свеклы, тканей животных массой 20 г помещают в стеклянную колбу, заливают 50 мл бензола и встряхивают в течение 1 часа на аппарате для встряхивания. Колбу с экстрактами помещают в морозильную камеру бытового холодильника на 1 час. Затем экстракт фильтруют через вату в фарфоровую выпарительную чашку. Пробу дважды промывают 10 мл бензола и сливают через ту же вату в фарфоровую чашку. Экстракт упаривают в токе воздуха досуха.

Молоко. 20 мл молока помещают в коническую колбу, добавляют 2 г поваренной соли, 30 мл ацетона и встряхивают в течение 5 мин. Затем колбу помещают в морозильную камеру холодильника на 30–40 минут, после экстракт фильтруют через бумажный фильтр в делительную воронку. В воронку добавляют 20 мл хлороформа. Нижний слой из делительной воронки фильтруют через безводный сернокислый натрий в выпарительную чашку и упаривают в токе воздуха досуха.

2.5.2. Очистка экстракта. Сухой остаток в выпарительной чашке растворяют в 2 мл бензола и пипеткой осторожно наносят в колонку с силикагелем АСК. Дважды смывают фарфоровую чашку 2 мл бензола и переносят смывы на ту же колонку. Элюируют сумицидин из колонки 60 мл гексана в фарфоровую чашку. Гексан упаривают в токе воздуха досуха. Сухой остаток смывают дважды 1–2 мл бензола в мерную пробирку и доводят объем бензолом до 5 мл и аликвоту в количестве 2–3 мкл вводят в хроматограф.

2.5.3. Условия хроматографирования

Хроматограф "Газохром П106 Э" или аналогичный прибор с детектором по захвату электронов.

Температурный режим колонки 250°C, испарителя 270°C, детектора 250°C.

Скорость газа-носителя (азот) – 75 мл/мин.

Скорость протяжки ленты самописца – 200 мм/час.

Стеклоянная хроматографическая колонка размером 1000x3 мм с насадкой S E-30 5\% ной на хроматоне N-AW-DMS

Линейность детектирования 0,5–10 нг.

Время удерживания 3 минуты.

2.6. Обработка результатов

Содержание препарата в пробе определяют методом соотношения со стандартом по высоте пиков по формуле

$$C = \frac{H_{\text{рп}} \cdot C_{\text{ст}} \cdot U}{H_{\text{ст}} \cdot U_{\text{а}} \cdot A} \quad \text{мг/кг или мг/л, где:}$$

$H_{\text{рп}}$ - высота пика анализируемой пробы, мм;

$H_{\text{ст}}$ - высота пика стандарта, мм;

$C_{\text{ст}}$ - содержание сумицидина в стандарте, мг;

U - объем конечного раствора, из которого отбирают аликвоту для хроматографирования, мл;

$U_{\text{а}}$ - объем аликвоты, вводимой в хроматограф, мкл;

A - навеска анализируемого образца, г.

3. Требования безопасности

Соблюдаются правила предосторожности, необходимые при работе с ядовитыми, взрывоопасными и легковоспламеняющимися веществами.

4. Разработчики

Царегородцева Г.Н., Таланов Г.А., ВНИИВС, г. Москва.

СОДЕРЖАНИЕ

ГАМОИДОРГАНИЧЕСКИЕ 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 далафона 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 и люпина .	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

ФОСФОРГАНИЧЕСКИЕ 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 газожидкостной хроматографии 83
2. Временные методические указания по определению остаточных количеств дифенамида в почве, растениях и эфирных маслах ^{ДР 40 ДРС} жидкостной хроматографией 90
3. Временные методические указания по определению дефолианта дронпа методом хроматографии в тонком слое в волокнах, листьях, семенах хлопчатника и в почве 96
4. Временные методические указания по определению остаточных количеств картоцида (фитона) в картофеле, огурцах, томатах, 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 лигурона и лирониона в луке зеленом, репчатом методом тонкослойной хроматографии 113
7. Временные методические указания по определению метирама в растительных образцах (яблоках, огурцах, томатах) газохроматографическим методом 121.
8. Временные методические указания по определению митака в растительном материале, почве, воде, органах, тканях и моче животных методами тонкослойной и газожидкостной хроматографии 129
9. Временные методические указания по определению нимрода 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 табачарена в почве тонкослойной хроматографией 206
18. Временные методические указания по определению томилола в воде, почве и растительном материале методами тонкослойной и газожидкостной хроматографии 211
19. Временные методические указания по определению ФДН / КI, КI -диметил-КI-(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, диурона, дикурана, дозанекса, тенорана, фалорана, арезина, линурона, паторана, малорана) в воде, почве, растительной массе, овощах методом тонкослойной хроматографии 254
22. Методические указания по хроматографическому определению феномедифама (бетанала) в воде, почве, сахарной свекле и биологических средах 244

ОЛОВООРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

- I. Временные методические указания по определению перофала в яблоках и почве методом тонкослойной хроматографии 257
2. Временные методические указания по определению действующего вещества препарата пликтран и его метаболитов (окись дихлоргексилолова, циклогексилолованная кислота) в воде, почве и растительном материале хроматографическим методом и неорганического олова в тех же средах спектрофотометрическим методом 263

РАЗНОЕ

- I. 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