

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 XI

Москва - 1981

Государственная комиссия по химическим средствам борьбы  
вредителями, болезнями растений и сорняками при МСХ СССР

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

Часть XI-я

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 - 1981

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 биопрепаратов в продуктах питания, кормах и внешней среде.

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 ИМПИТМ им.Е.И.Марциновского и лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

" У Т В Е Р Ж Д А Ю "

Заместитель главного государственного  
санитарного врача СССР

А.Л. Заиченно

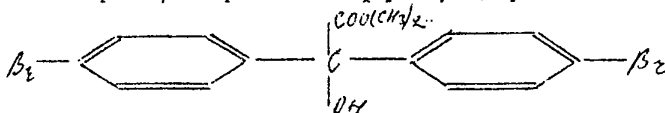
28 января 1986г

№ 2126-80

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ НЕОРОНА В МЕДЕ МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ  
ХРОМАТОГРАФИИ.

I. Характеристика препарата.

Неорон -/изопропиловый эфир 4,4-д-бром бензойной кислоты.



Эмпирическая формула -  $C_{17}H_{16}O_2Br_2$ .

Молекулярная масса - 428,13.

Синонимы: А-2529, А-2443.

Технический продукт - твердое вещество кремового цвета.  
Давление паров -  $5,5 \times 10^{-7}$  мм.рт.ст. при  $20^{\circ}C$ . Плохо растворяется  
в воде, хорошо в большом количестве органических растворителей.  
Стабилен при высокой температуре, нестойк в кислой и щелочной  
средах. Выпускается в форме 25 и 50% концентрат эмульсии.

Неорон относится к малотоксичным соединениям.  $LD_{50}$  его при введении в желудок крысам составляет 1,5 – 5 г/кг. Применяется неорон в качестве инсекто-акарицида на хлопчатниках. Перспективен – в борьбе с вредителями садов и варроатозом пчел.

## 2. Методика определения неорона в меле способом газовой хроматографии.

### 2.1. Основные положения.

#### 2.1.1. Принцип метода.

Метод основан на экстракции неорона ацетоном, перераспределении его в гексан, очистке последнего в статических условиях смесью силикагеля и окиси алюминия и идентификации пестицида способом газовой хроматографии с детектором постоянной скорости рекомбинации.

#### 2.1.2. Метрологическая характеристика метода.

Диапазон определяемых концентраций – 0,25–25 мкг неорона в анализируемой пробе.

Предел обнаружения – 0,025 мкг/кг.

Полнота определения – 77,81%

Стандартное отклонение – 10,4.

Относительное стандартное отклонение – 0,19.

Доверительный интервал – 6,24.

#### 2.2. Реактивы и материалы.

Ацетон – чда, ГОСТ 2603–63.

Гексан – ч, ТУ – 6–09–3375–73.

Бензол – чда, ГОСТ 5955–68.

Натрий серноокислый безводный – ч, ГОСТ 4166–66.

Оксид алюминия для хроматографии - ч, 2 степени активности,  
МРТУ 6-09-5296-68

Силикагель КСК /или КСС/ - обрабатывают методом общепринятым для тонкослойной хроматографии. Продажный силикагель 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, а затем дистиллированной водой до нейтральной реакции и до удаления следов хлорида /промывные воды контролируются азотнокислым серебром/. Промытый силикагель сушат при 140<sup>0</sup>С 6 часов, дробят и просеивают через сито 100 меш.

Вода дистиллированная.

Смесь экстрагентов - бензол 3 части и гексан -1 часть.

Хроматон *Н-АН-2М* с 5% SE-30 /или DE-550/.

Стандартный раствор неорона. а/. Отвешивают 10 мг неорона в мерную колбу на 100 мл. Неорон растворяют в гексане и доводят его до метки. Получается основной стандартный раствор с содержанием неорона 100 мкг в 1 мл.

б/. Из основного раствора готовят рабочий стандартный раствор неорона, содержащий 1 мкг препарата в 1 мл. Для этого в мерную пробирку на 10 мл с притертой пробкой отмеривают 0,1 мл основного стандартного раствора и доводят объем жидкости до 10 мл.

### 2.3. Приборы и посуда.

Газовый хроматограф "Цвет 106" с детектором постоянной скорости рекомбинации. /Допускается использование другого типа хроматографа с детектором по захвату электронов/.

Вытяжной шкаф.

Воронки делительные - на 100 и 200 мл.

Стаканы химические - на 50 мл.

Воронки химические - диаметр 5 и 3 см.

Цилиндры мерные - на 50 и 10 мл.

Пробирки мерные - цена деления 0,1 мл.

#### 2.4. Ход анализа.

Отбирают среднюю пробу меда в соответствии с прилагающимися инструкциями. 10 г меда растворяют в 10 мл дистиллированной воды. Раствор переносят в делительную воронку. Стакан ополаскивают 30 мл ацетона и сливают его в ту же делительную воронку. Содержимое перемешивают 3 минуты. После разделения жидкости, нижний слой /водный раствор сахаров/ отбрасывают. Верхний слой /ацетоновый экстракт/ переносят в другую делительную воронку и прибавляют 70 мл дистиллированной воды. Напор экстрагируют из водно-ацетонового раствора 2 раза гексаном, используя каждый раз по 10 мл экстрагента. Для этого смесь перемешивают в делительной воронке каждый раз по 3 минуты. Гексан /последовательными порциями/ фильтруют через воронку со слоем безводного сернокислого натрия в выпаривательную чашку. Воронку заправляют следующим образом: в суживающуюся часть воронки диаметром 5 см вводят тампон из белой ваты /50 мг/ и насыпают слой безводного сернокислого натрия - I - I,5 см. Перед использованием воронку промывают 5 мл гексана, который отбрасывают. После окончания фильтрации исследуемого экстракта воронку промывают 5 мл гексана, который сливают в выпаривательную чашку.

В выпаривательную чашку с гексаном добавляют по 200 мг силикагеля и окиси алюминия. После этого гексан выпаривают под тягой вытяжного шкафа при комнатной температуре. Пестициды вымывают из сухого остатка смесью бензола с гексаном - 3:1. Сначала в чашку приливают 3 мл смеси и перемешивают содержимое стеклянной палочкой 1 минуту. Надосадочную жидкость отфильтровывают через воронку со слоем безводного сернистого натрия в мерную пробирку. Воронка диаметром 3 см. В суживающуюся часть воронки вводят тампон из белой ваты - 30 мг и насыпают слой безводного сернистого натрия - 0,75 см./ . Осадок в чашке и фильтр промывают еще 2 раза, используя каждый раз по 2 мл смеси бензол-гексан. Очищенный таким образом экстракт используют для газохроматографического анализа. При необходимости полученный экстракт можно сконцентрировать до объема 2 мл и вводить в хроматограф до 10 мкл жидкости.

#### 2.5. Условия хроматографирования.

Идентификацию неорона в экстракте проводят на газовом хроматографе "Цвет 106" с детектором постоянной скорости рекомбинации. Допускается использование других приборов с различными вариантами электронно захватного детектора. Подготовка прибора к работе производится в соответствии с его техническими требованиями. В качестве газа-носителя и на продувку детектора используют азот особой чистоты. Расход газа: на колонку - 40 мл минуту.

на продувку детектора - 80 мл минуту.

Режим работы прибора: температура испарителя - 230<sup>0</sup>С, температура колонки - 220<sup>0</sup>С, температура детектора - 250<sup>0</sup>С.



В испаритель хроматографа вводят до 10 мкл стандартного раствора. или очищенного экстракта. Время удерживания неорона на колонне 9 - 10 минут. Линейный динамический диапазон выдерживается в пределах от 0,5 до 10 нг препарата во введенной в испаритель пробе.

#### 2.6. Обработка результатов анализа.

Количественное определение неорона производится путем сравнения высоты пиков опытной пробы и стандартного раствора по следующей формуле:

$$X = \frac{U \text{ пр. } \times \text{Ст} \times N \text{ пр.} \times 100}{U \text{ вв. } \times N \text{ ст. } \times M \text{ пр. } \times K}$$

Где: X - Количество пестицида в пробе в мг на 1 кг.

U пр. - объем экстракта в мл.

Ст. - количество пестицида в нг., введенное в испаритель хроматографа со стандартным раствором.

N ст. - высота пика стандартного образца  $\gamma$  в см/.

U вв. - количество экстракта введенного в хроматограф / в мкл./.

N пр. - высота пика испытуемой пробы / в см/.

M пр. - масса пробы взятой для экстракции / в г /.

$\frac{100}{K}$  - Коэффициент для внесения поправки на потерю пестицида при экстракции и в процессе подготовки пробы к исследованиям, где K - определяемость неорона в % - 77,8%.

### 3. Требования безопасности.

Соблюдаются правила по технике безопасности в химических лабораториях.

---

Настоящие методические указания разработаны О.А. МАЛИНИНЫМ  
и В.И. ЯРОШЕНКО /Лаборатория фармакологии с токсикологией  
УНИИЭВ. г.Харьков. Зав. отделом – Академик ВАСХНИЛ  
И.Н. ГЛАДЕНКО/.

## СО Д Е Р Ж А Н И Е

Стр.

### Хлорсодержащие пестициды

1. Методические указания по определению неорона в меде методом газовой хроматографии . . . . . I
2. Методические указания по определению нитрохлора и префорана в эфирных маслах и эфиромасличном сырье методом газожидкостной хроматографии . . . . . 8
3. Методические указания по определению ЭФ-2 в воде и почве газожидкостной хроматографией . . . . . 14
4. Методические указания по определению хлорорганических пестицидов в воде, продуктах питания, кормах и табачных изделиях хроматографией в тонком слое . . 22
5. Методические указания по определению полихлорированных бифенилов в присутствии хлорорганических пестицидов в птицепродуктах методом газовой хроматографии . . . . . 45

### Фосфорсодержащие пестициды

1. Методические указания по определению остаточных количеств вольфсона в растительном материале, почве и воде тонкослойной и газожидкостной хроматографией . 52
2. Методические указания по определению остаточных количеств гетерофоса в овощных культурах, почве и воздухе методами тонкослойной и газожидкостной хроматографии . . . . . 61
3. Методические указания по определению остаточных количеств дуробана в растительном материале, почве и воде тонкослойной и газожидкостной хроматографией . 67
4. Методические указания по определению остаточных количеств изофоса-3 в рисе, почве и воде газожидкостной и тонкослойной хроматографией . . . . . 75
5. Методические указания по определению метилнитрофоса и динитрооксона в зерне и продуктах переработки зерна хромато-эпизимом и газохроматографическим методом . . . . . 84

	Стр.
6. Методические указания по определению остаточных количеств рицида "П" в рисе и воде газожидкостной хроматографией . . . . .	93
7. Методические указания по определению метилнитрофоса, фенилнитрооксона и п-нитрокрезола в зерне и продуктах переработки зерна методом хроматографии в тонком слое . . . . .	103
8. Энзимно-хроматографический метод определения фосфорорганических пестицидов в растительных продуктах и биосубстратах . . . . .	109

Азотсодержащие пестициды

I. Производные мочевины, гуанидина, дитиокарбаминовой кислоты, анилиды карбоновых кислот, нитропроизводные, дитиокарбаты

1. Методические указания по определению дуала в растительном материале, почве и воде хроматографией в тонком слое . . . . .	118
2. Методические указания по определению остаточных количеств гербицида малорана в почвах с различным содержанием гумуса методом ТСХ . . . . .	124
3. Методические указания по определению остаточных количеств НЕ-166 в огурцах хроматографией в тонком слое и фотометрическим методом . . . . .	129
4. Методические указания по определению остаточных количеств тендкса в воде и почве . . . . .	136
5. Методические указания по определению ФДН (N,N'-диметил-N-(3-хлорфенил)-гуанидина) в огурцах и воде методом тонкослойной хроматографии . . . . .	139
6. Методические указания по определению дитена М-45 в продуктах питания растительного происхождения и воде . . . . .	149

II. Гетероциклические соединения

7. Методические указания по определению базаграна в воде, почве, зерне и растительном материале . . . . .	152
---	-----

8. Методические указания по определению фунгицида байлетона методом ТСХ в почве, корнях, зеленых листьях, плодах томатов и огурцов . . . . .	159
9. Методические указания по газожидкостно-хроматографическому определению бентазона в почве и растениях	166
10. Методические указания по определению диквата в семенах подсолнечника и масле из семян подсолнечника спектрофотометрическим методом . . . . .	174
11. Методические указания по определению метазина в воде, почве, овощах и биологическом материале методом хроматографии в тонком слое сорбента . . . . .	181
12. Методические указания по определению остаточных количеств симм-триазиновых гербицидов (симезина, атразина, пропазина, прометрина, семерона, мезорантала, метазина, метопротрина) в почве газожидкостной хроматографией . . . . .	188
13. Методические указания по определению котофора в семенах хлопчатника методом хроматографии в тонком слое . . . . .	198
14. Методические указания по определению ронстарга (оксидизона) в рисе методами газовой и тонкослойной хроматографии . . . . .	205
15. Методические указания по определению тагигагена в воде методом тонкослойной хроматографии . . . . .	209
16. Методические указания по определению тербацила в эфирных маслах и эфиромасличном сырье методом газо-жидкостной хроматографии . . . . .	214
17. Методические указания по определению трифторина в воде . . . . .	220
18. Методические указания по определению остаточных количеств текто(тиабендазола) в картофеле и свекле тонкослойной хроматографией . . . . .	227
19. Методические указания по определению остаточных количеств феназона в почве, воде, свекле и растительных объектах газожидкостной хроматографией . . . . .	234

### Прочие пестициды

1. Методические указания по определению остаточных количеств хлората магния полярографическим методом ... 243
2. Методические указания по определению нортрона в воде, черноземной почве и сахарной свекле ..... 248
3. Методические указания по определению содержания общей ртути в мясе, яйцах, рыбе, молочных продуктах, почве ..... 255

### Бактериальные пестициды

1. Методические указания по определению микробиологических инсектицидов не прямым иммунофлюоресцентным методом ..... 268
2. Методические указания по определению витамина А в воздухе методом тонкослойной хроматографии ..... 276
3. Методические указания по определению полиэдров вируса ядерного полиэдроза капустной совки на растительных объектах иммунофлюоресцентным методом ..... 280

### Дополнения

1. Хроматографическое определение микроколичеств гропанида, линурона, монолинурана и их метаболитов в воде, почве и растительном материале ..... 289
2. Методические указания по определению актеллика растительной продукции, почве и воде ..... 296