

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

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИ-  
ЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШ-  
НЕЙ 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, 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 - М. А. Клисенко).

Методические указания согласованы и одобрены отделом перспективного планирования санэпидслужбы ИМПТИ им. Маршановского Б.И. и лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

Утверждаю:

Зам. Главного Государственного  
санитарного врача СССР

А.И.ЗАИЧЕНКО

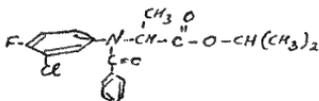
6 августа 1981г. № 2425-81

Временные методические указания по определению барнона в воде, почве и растениях методом газожидкостной хроматографии.

### 1. Характеристика анализируемого пестицида.

Барнон (синоним - флэфенпропил-изопропил) - послевсходовый гербицид (производство фирмы Шелл, Англия) - рекомендуется для уничтожения овсяга в посевах ячменя в дозах 0,8 - 1,0 кг/га по действующему веществу.

Химическое название: изопропил-N-бензоил-N-(3-хлор-4-фторфенил)-2-аминопропионат. Структурная формула:



Эмпирическая формула:  $C_{19}H_{19}O_3NFCI$ . Молекулярная масса: 318,5.  
Хорошо растворим в органических растворителях. ЛД<sub>50</sub> для крыс и мышей более 2500 мг/кг.

### 2. Методика определения барнона в воде, почве и растениях.

#### 2.1. Основные положения.

#### 2.1.1. Принцип метода.

Методика основана на определении барнона способом газожидкостной хроматографии после экстракции гербицида из проб, очистки эк-

страктов и разделения на неподвижных фазах ХЕ-60 или SE-30. Определение проводят с использованием детектора постоянной скорости рекомбинации.

### 2.1.2. Метрологическая характеристика метода.

Диапазон определяемых концентраций 0,0005 - 0,008 мкг. Нижний предел детектирования - 0,0005 мкг. Чувствительность определения: вода - 0,02 мг/л; почва, солома - 0,05 мг/кг; зерно - 0,1 мг/кг. Среднее значение определения стандартных растворов гербицида: вода - 87,0%; почва - 79,0%; солома - 75,8%; зерно - 61,0%. Стандартное отклонение: 4,24% ( вода ); 8,12% ( почва ); 5,06% ( солома ); 3,95% ( зерно ). Относительное стандартное отклонение: 0,049 ( вода ); 0,103 ( почва ); 0,066 ( солома ); 0,064 ( зерно ).

Определению барнона не мешают 2,4-Д, 2М-4Х, бентазон, ГХЦГ, альдрин, ДДТ, дилор.

### 2.2. Реактивы и растворы.

Ацетон (  $\text{CH}_3\text{COCH}_3$  ), ГОСТ 2603-79, чда.

Гексан (  $\text{C}_6\text{H}_6$  ), МРТУ 6-09-3375-78, хч.

Кислота серная (  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ), ГОСТ 4204-77, чда.

Алюминий окись (  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ), МРТУ 6-09-3916-75, ч.

Натрий сернокислый, безводный (  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  ), ГОСТ 4166-76, хч.

Неподвижные жидкие фазы: ХЕ-60 ( 5% ) и SE-30 ( 5% ) нанесенные на хроматон М-АВ ( 0,16 - 0,20 мм ), СССР.

Азот газообразный, ГОСТ 9293-74, осч.

Стандартный раствор барнона в ацетоне ( 1 мкг/мл ).

### 2.3. Посуда и приборы.

Мельница электрическая, лабораторная.

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

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

Газовый хроматограф "Цвет-106" с детектором постоянной скорости рекомбинации.

Баня песочная, ТУ 46-775-77.

Сито металлическое диаметром отверстий 1 мм.

Водоструйный насос КМ 1230, ТУ 64-1-861-72.

Воронки делительные ВД-3-500, ГОСТ 8613-75.

ВД-3-250, ГОСТ 8613-75.

Колбы Кн КШ-500-29/32 ТС, ГОСТ 10394-72.

Колбы отродонные ОКШ-50-14/23 ТС, ГОСТ 10394-72.

Стеклянные биксы СН 34/12, ГОСТ 7148-70.

Колбы мерные ГОСТ 1770-74, 100 мл.

Микрошприцы МШ-10

2.4. Подготовка к определению.

2.4.1. Подготовка хроматографических колонок.

Стеклянные колонки моют хромовой смесью, затем водой, ацетоном и просушивают. Колонку заполняют сорбентом, используя водоструйный насос. Заполненную колонку кондиционируют ( не подключая к детектору ) 8 часов при 250°C ( ХЕ-60 ) и 270°C ( 5Е-30 ).

2.4.2. Отбор и подготовка проб.

Отбор проб на анализ проводят в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микрокальций пестицидов" № 2051-79 от 21.08.79.

Для анализа воды отбирают средний образец не менее 1 - 2 л, при необходимости фильтруют.

Средний образец почвы в количестве 1 - 2 кг сушат до воздуш-

но-сухого состояния, растирают, просеивают через сито с диаметром отверстий 1 мм.

Солому ячменя измельчают ножницами, зерно размалывают на лабораторной мельнице.

## 2.5. Проведение определения.

### 2.5.1. Экстракция.

Вода. 10 мл воды встряхивают в делительной воронке с гексаном 4x30 мл, каждый раз в течение 2 мин. Объединенные экстракты осушают безводным  $\text{MgSO}_4$  и упаривают досуха на ротационном испарителе при температуре 40°C.

Почва, растения. 10 г пробы заливают в колбе 100 мл ацетона и настаивают 16 - 17 часов. Экстракты сливают, остаток встряхивают с ацетоном ( 2 раза по 30 мл ) в течение 15 минут. Объединенные экстракты осушают безводным  $\text{MgSO}_4$  и упаривают досуха.

### 2.5.2. Очистка экстрактов.

Очистку экстрактов осуществляют методом колоночной хроматографии на окиси алюминия. Сухие остатки экстрактов из почвы и растений ( а при сильной загрязненности и воды ) растворяют в небольшом объеме ацетона ( 1 - 2 мл ) и количественно переносят в бюксы, в котором помещено 5 г окиси алюминия. Бюксы помещают на песочную баню, нагретую до 50 - 60°C и выдерживают до полного улетучивания ацетона ( работаТЬ под тягой ). Сорбент в бюксах тщательно перемешивают стеклянной палочкой и переносят в делительную воронку, в суженный конец которой помещают тампон из стеклоткани. Для элюирования барбита через колонку пропускают 300 мл смеси вода : ацетон :  $\text{H}_2\text{SO}_4$  в соотношении 20 : 4 : 1 по объему. Скорость вытекания смеси - 100 - 120 капель в минуту.

После прохождения через колонку смесь встряхивают с гексаном

4 x 30 мл, каждый раз по 2 минуты. Гексановые экстракты объединяют, осушают безводным  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  и упаривают досуха.

### 2.5.3. Условия хроматографирования.

Сухие остатки растворяют в 2 мл гексана и вводят в испаритель 2 - 5 мкл.

В грушевидную колбу вносят 0,5 мкг стандартного раствора барнона, растворитель упаривают досуха, добавляют 2 мл ацетона и хроматографируют 2 - 5 мкл.

Хроматографирование проводят при следующих условиях: хроматограф "Цвет-105" с детектором постоянной скорости рекомбинации, шкала ИМТ -  $10 \times 10^{-12}$  а, скорость протяжки диаграмной ленты 1 см/мин. Колонка стеклянная, спиральная, 2000 x 3,5 мм, заполненная 5% ХЕ-60 или SE-30. Температура колонки 240°C (ХЕ-60) и 230°C (SE-30), температура испарителя и детектора в обоих случаях равна соответственно 250 и 260°C. Газ-носитель - азот высокой чистоты (60 мл/мин), газ для поддува детектора - азот (осч) - 145 мл/мин. Время удер- живания барнона равно 7 мин 20 сек (ХЕ-60) и 6 мин. (SE-30).

### 2.6. Обработка результатов анализа.

Для количественного определения измеряют высоту пиков проб и стандартных растворов. Содержание барнона в пробе рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{m_{\text{ст}} \cdot H_{\text{пр}} \cdot V_{\text{к}} \cdot V_{\text{ст}}}{H_{\text{ст}} \cdot V_{\text{х}} \cdot M}$$

где X - содержание барнона в пробе, мг/кг или мг/л;  
 $m_{\text{ст}}$  - содержание гербицида в стандартном растворе, мкг;  
 $H_{\text{ст}}$  - высота пика стандартного раствора, мм;  
 $H_{\text{пр}}$  - высота пика пробы, мм;  
 $V_{\text{к}}$  - объем конечного экстракта, мл;  
 $V_{\text{ст}}$  - объем стандартного раствора пробы, введенный в хроматограф, мкл

$V_x$  - объем экстракта <sup>пробы</sup> введенного в испаритель, мкл;  
 $M$  - навеска пробы в г или мл.

### 2.7. Требования техники безопасности.

При анализе необходимо выполнять требования техники безопасности, рекомендованные для работ с органическими растворителями, кислотами и сжатыми газами.

2.8. Настоящие методические указания составлены по материалам Белорусского НИИ защиты растений ( П.М. КИСЛУШКО, Л.В. ЗУБКЕВИЧ ).

## СОДЕРЖАНИЕ

### ХЛОРООРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

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

### ФОСФОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

1. Методические указания по определению азота в воздухе рабочей зоны методами ГЛХ и ТСХ.	29
2. Временные методические указания по определению ботвы 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 хроматографии в воде, почве, растительном материале.	46
4. Методические указания по определению остаточных количеств дурсбана в воде, почве, лесной растительности и биосредах методом ТСХ.	54
5. Временные методические указания по определению каунтора 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-  
лекрона 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 рон-раля методом ТСХ в воде, почве, поматах, картофеле, винограде, виноградном соке и вине. 168
7. Временные методические указания ронилана в растительной продукции, почве и воде ТСХ и ГЭХ. 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 ГЭХ и ТСХ в почве, воде, корнеплодах и листьях сахарной свеклы. 195
2. Временные методические указания по определению бромпропилата(неорона) в яблоках и цитрусовых методом газовой хроматографии. 206
3. Временные методические указания по определению иллоксана в воде и почве методом ГЭХ. 211
4. Временные методические указания по хроматографическому определению изатрина в почве и воде. 217

- |   |     |
|---|-----|
| 5. Временные методические указания по определению омаита методами ГЖХ 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 ГЖХ. | 247 |
| Дополнения  | 258 |

Л- 71958 от 20. I. 83г Тираж 2000 экз., заказ № 1873

Типография ВАСХНИЛ