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 XIУ-я

Москва - 1984

gost.e-ecolog.ru

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.

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.

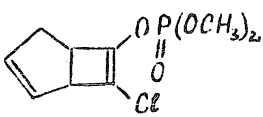
Методические указания согласованы и одобрены отделом перспективного планирования санэпидслужбы ИМПиТМ им. Марциновского Е.И. и лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ :

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

"УТВЕРЖДАЮ"
Заместитель Главного Государственного санитарного врача СССР
А.И.Заиченко
" 24 " августа 1983 г.
№ 2845-83

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ОПРЕДЕЛЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ХОСТАКВИКА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



М. м. 250,5

Хостаквик (гептенофос)-действующее начало 0,0-диметил-0- (6-хлорбицикло /3,2.0/ гептадиен-I,5-ил) фосфат - жидкость, температура кипения 64°С (0,075 мм рт.ст.). Давление паров 7,5 .10^{-4} мм рт. ст. при 20°С. Хорошо растворим в ацетоне, метаноле, ксилоле (при 25°С-1000 г/л), хуже растворим в н-гексане (130 г/л). Растворимость в воде 2,2 г/л. При применении может находиться в воздухе в виде паров и аэрозоля.

I. Характеристика метода

I. Определение основано на хроматографировании анализируемого соединения в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зон локализации хостаквика путем обработки водно-ацетоновым раствором нитрата серебра.

2. Отбор проб проводится с концентрированием (бумажный фильтр "синяя лента", ацетон- вода 7:3).

3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы-2 мкг.

4. Предел измерения в воздухе-0,2 мг/$м^3$ (при отборе I0 л воздуха).

5. Диапазон измеряемых концентраций-0,2-I0 мг/$м^3$.

6. Определению не мешают наполнители технического препарата.

7. Граница суммарной погрешности измерения $\pm$ 19%.

8. Предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны – 0,5 мг/м^3.

II. Реактивы, растворы, материалы

Ацетон, ч., ГОСТ 2603-79
н-Гексан, ч., ТУ-6-09-3375-78
Диэтиловый эфир, хч, ГОСТ 6262-79
Сульфат натрия безводный, ч., ГОСТ 4166-76
Сульфат кальция, чда, ГОСТ 3210-77
Нитрат серебра, чда, ГОСТ 277—75
Аммиак водный 25%, чда, ГОСТ 3760-79
Силикагель АСК 5/40 + 13% гипса (*Chemapol*, ЧССР)
Пластинки "Силуфол" (*Chemapol*, ЧССР)
Фильтры бумажные беззольные "синяя лента", ТУ-6-09-1678-77
Подвижная фаза: гексан-ацетон 2:1
Проявляющий реактив – водно-ацетоновый раствор нитрата серебра.

Навеску нитрата серебра 0,5 г растворяют в 5 мл дистиллированной воды, добавляют 7 мл аммиака (d = 0,9 г/см^3) и доводят объем до 100 мл ацетоном. Срок хранения в холодильнике 5–6 дней.

Стандартный раствор хостаквика, содержащий 100мкг/мл вещества, готовят растворением 10 мг препарата в мерной колбе на 100 мл ацетона. Хранят в холодильнике не более 2-х месяцев.

III. Приборы и посуда

Электроаспиратор для отбора проб воздуха, ТУ-64-1-862-77
Фильтродержатели
Силикагель для промывания и очистки газов (силикагель Дрекселя)
ТУ-25-11-1062-75
Ротационный вакуумный испаритель для отгонки растворителей ИР-1М, ТУ 25-11-917-74
Облучатель ртутно-кварцевый, ТУ-64-1-1618-72
Воронки делительные емкостью 250 мл, ГОСТ 1770-74
Колбы конические емк. 100 мл, ГОСТ 10394-72
Колбы грушевидные для отгонки растворителя, ГОСТ 10394-72
Воронки химические диаметром 6 см, ГОСТ 8613-75
Колбы мерные на 25, 100 мл, ГОСТ 1770-74

Пипетки мерные на 0,1 и 1 мл, ГОСТ 1770-74
Цилиндры мерные на 50 мл, ГОСТ 1770-74
Камера хроматографическая, ГОСТ 10565-75
Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 10391-74
Пластинки стеклянные 90 х 120 мм.

Приготовление пластинок. 14 г силикагеля и 1 г сульфата кальция смешивают с 40 мл дистиллированной воды, тщательно перемешивают. Полученную однородную массу наносят на 6-7 пластинок размером 90 х 120 мм (пластинки предварительно обезжиривают).

IУ. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 1 л/мин последовательно аспирируют через помещенный в фильтродержатель бумажный фильтр "синяя лента" и для поглощения паров через склянку Дрекселя, содержащую 100 мл смеси ацетон-вода 7:3.

Для определения 1/2 ПДК следует отобрать не более 10 л воздуха. Длительность хранения пробы в холодильнике не более 2- х дней.

У. Условия анализа

Бумажный фильтр, содержащий аэрозоль, из фильтродержателя помещают в коническую колбу и заливают 30 мл ацетона. Экстрагируют в течение 1 часа. Экстракцию повторяют дважды. Объединенный экстракт сушат безводным сульфатом натрия (5-7 г) и сливают в колбу для отгонки растворителя.

Смесь ацетон-вода из поглотителя переносят в делительную воронку, прибавляют 100 мл дистиллированной воды и реэкстрагируют препарат дважды по 20 мл хлороформом.

Объединенный хлороформный экстракт сушат безводным сульфатом натрия (5-7 г) и сливают в колбу для отгонки растворителя. Отгоняют растворитель под вакуумом до объема 0,2-0,3 мл при температуре бани не больше 40°С.

Подготовленную пробу количественно наносят при помощи капиллярной пипетки на хроматографическую пластинку так, чтобы диаметр пятна не превышал 1 см. Центр пятна должен быть на расстоянии от нижнего края пластинки 1,5 см. Колбу с экстрактом 2-3 раза смывают небольшими порциями диэтилового эфира, который также наносят в центр пятна. Справа и слева от пробы наносят серию стандартных

растворов, содержащих 2, 5, 7 и 10 мкг препарата. Пластинку с нанесенными растворами помещают в хроматографическую камеру, в которую за 30 мин до хроматографирования залита смесь гексан-ацетон 2:1. После поднятия фронта подвижного растворителя на 10 см пластинку вынимают и оставляют на несколько минут на воздухе для испарения подвижного растворителя. После этого пластинку обрабатывают из пульверизатора водно-ацетоновым раствором нитрата серебра и подвергают УФ облучению в течение 30 мин.

Хостаквик проявляется в виде пятен черного цвета на белом фоне $R_f = 0,5 \pm 0,05$.

Количественное определение пестицида проводят путем сравнения интенсивности окраски и измерения площади пятна пробы и стандартного раствора. Измерение площади производится с помощью миллиметровой бумаги. Прямолинейная зависимость между площадью пятна и содержанием препарата в пятне соблюдается в интервале 1-10 мкг. Если содержание препарата в пробе превышает верхнюю границу диапазона 10 мкг, то для нанесения на пластинку необходимо брать аликвотную часть экстракта 0,1-0,2 мл параллельной пробы.

Концентрацию препарата (X) в воздухе мг/м^3 вычисляют по формуле

$$X = \frac{\varphi \cdot V_1}{V_2 \cdot V}$$, где:

φ – количество препарата, найденное в хроматографируемом объеме пробы, мкг;

V_1 – общий объем пробы, мл;

V – объем пробы, взятый для хроматографирования, мл;

V_2 – объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

VI. Требования безопасности

Необходимо соблюдать общепринятые правила безопасности при работе с органическими растворителями, токсичными веществами и ртутно-кварцевыми приборами.

VII. Разработчики.

Гиренко Д.Б., Морару Л.Е., Клисенко М.А.
НИИПИНТОКС, г.Киев.

С О Д Е Р Ж А Н И Е

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

	стр.
Агелона и ситрина	3
Актеллика и примипида	8
Алара	I3
Бензоилпропэтила и этилового эфира N-3,4- дихлорфенилаланина	I7
Беномила и БМК	22
Бентазона	30
Биоресметрина	35
Болстара	40
Бронокота	48
Бутилкаптакса	52
Бутокарбоксима	59
Гидрела	63
ГМК-Na	66
Даконила	70
Диазинона, эптама, гамма-изомера ГХЦГ, фенмедедифама, ленацила, фосфамида и пиразона	77
Дигидрела	89
Диквата	93
Зоокумарина	97
Карбофурана	I00
Крочетона	I04
Менида и 3-хлор-4-метиланилина	I08
Метазина и компонентов гербицидной смеси "карагард"	II3
Митака	II8
Офунака	I24
Пиктрана	I28
Ратиндана	I32
Раундана	I38
Ровраля	I43
Розалина	I48
Синтетических пиретроидов (амбуш, децис, рипкорд, сумицидин)	I54
Стомпа	I6I

стр.

Сумилекса 166
Томилона 173
Триморфамида 180
Фекама-трибуфона 186
Фталана 192
Препарата 242 и металлилхлорида (МХ) 200
Хостаквика 206
Эдила 210

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

Хлорорганические пестициды

Методические указания по определению остаточных количеств гексахлорана (линдана) в сушеном картофеле полярографическим методом 218

Фосфорорганические 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-3 и его метаболитов в биоматериале методом газо-жидкостной хроматографии 252

Азотосодержащие пестициды

стр.

Методические указания по хроматографическому определению буторакбокоима в почве, воде и растительном материале 260

Методические указания по определению ,ІМК-Na, гидрела, дигидрела методом спектрофотометрии в воде, растительном материале (томаты, блоки, свекла). . 267

Временные методические указания по определению лонтрела в воде, почве и растениях методом газо-жидкостной хроматографии 275

Временные методические указания по определению паарлана 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-спектрофотометрии 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 цинеба 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-флюоресцентным методом. .331

gost.e-ecolog.ru