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.

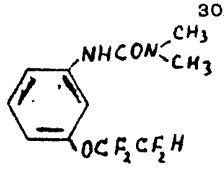
Методические указания согласованы и одобрены отделом перспективного планирования санэпидслужбы ИМПиТМ им. Марциновского Е.И. и лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

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.ЗАЙЧЕНКО
"12" мая 1983 г.
№ 2780-83

ВРЕМЕННЫЕ
МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
по хроматографическому и газохроматографическому измерению концентраций томилона в воздухе рабочей зоны



М.м. 280,0

Томилон (синоним–тетрафлурон, действующее начало –*N*,*N* –диметил –*N'*– (3–тетрафторэтоксифенил) мочевина) – белое кристаллическое вещество, Т.пл. 115–117°С. Растворимость в воде 225 мг/л при 25°С. Хорошо растворим в большинстве органических растворителей. Выпускается в виде 65% смачивающегося порошка.

Агрегатное состояние в воздухе – аэрозоль.

I. Характеристика метода

I. Определение основано на: 1) хроматографировании томилона в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зоны локализации препарата путем обработки: а) смесью бромфенолового синего с азотнокислым серебром. б) при нагревании пластинки при температуре 160–170°С; 2) газожидкостной хроматографии с примене-

нием детектора · захвата электронов.

2. Отбор проб проводится с концентрированием (фильтр "синяя лента").

3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы - 0,5 мкг (ТСХ), 0,5 нг (ГЖХ).

4. Предел измерения в воздухе - 0,25 мг/м^3 /при отборе 2 л воздуха (анализ методом ТСХ), 0,5 л воздуха (анализ методом ГЖХ)/.

5. Диапазон измеряемых концентраций - 0,25-5 мг/м^3 (ТСХ); 0,25-1,0 мг/м^3(ГЖХ).

6. Определению методом ТСХ не мешают изомеры ГХЦГ, рогор, базудин, антио и фозалон. Определению методом ГЖХ не мешают: изомеры ГХЦГ, ДДТ, гептахлор, базудин и толуин.

7. Граница суммарной погрешности измерения - ± 14,8% (ГЖХ), ± 17,2% (ТСХ).

8. Ориентировочно-безопасный уровень воздействия томилона в воздухе рабочей зоны - 0,5 мг/м^3 (рекомендуемый).

II. Реактивы, растворы и материалы

Томилон, х.ч.

Этилацетат, х.ч., ГОСТ 22300-76

Фильтр "синяя лента", ТУ 6-09-1678-77

Стандартный раствор № 1 томилона в этилацетате концентрации 100 мкг/мл. Устойчив в течении месяца, при условии хранения в холодильнике, в плотно закрытой колбе.

К методу ТСХ.

Гексан, ч., ТУ 6-09-3375-78

Эфир для наркоза (Фармакопея).

Четыреххлористый углерод, ч., ГОСТ 20288-74

Бромфеноловый синий, ч.д.а., ТУ 6-09-1058-76

Ацетон, х.ч., ГОСТ 2603-79

Серебро азотнокислое, *ч.д.а.*, ГОСТ 1277-75

Подвижная фаза: 1) гексан-эфир (1:4), 2) четыреххлористый углерод-эфир (1:4).

Проявляющий реактив: 50 мг бромфенолового синего растворяют в 10 мл ацетона и доводят до 100 мл 1% водно-ацетоновым раствором азотнокислого серебра (ацетон-вода - 3:1). Раствор устойчив 2 суток.

К методу ГЖХ.

Носитель для газовой хроматографии - Хроматон N-AW ДМСS размером 0,16-0,2 мм

Жидкая фаза ± 5 % SE-30.

Стандартные растворы № 2, 3 томилона в этилацетате концентрации 10 и 1,0 мкг/мл. Готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № 1.

Ш. Приборы и посуда.

Аспирационное устройство, *ТУ 64-1-862-77*

Фильтродержатели

Ротационный испаритель ИР-1, *ТУ 25-11-917-76*

Баня водяная, ТУ 64-1-2850-76

Пипетки, ГОСТ 20292-74, на 1, 2, 5 и 10 мл

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74

Посуда лабораторная стеклянная, ГОСТ 1770-74

К методу ТСХ.

Хроматографические камеры, ГОСТ 10565-75

Капилляры стеклянные диаметром 0,2: 0,5 и 1 мм

Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 10391-74

Колбы круглодонные для отгонки растворителей

Пластинки для хроматографии "Силуфол" (ЧССР) размером 150 х 150 мм.

К методу ГЖХ

Ш. Приборы и посуда

Газовый хроматограф с детектором по захвату электронов (ДЗЭ)

Микрошприц МШ-10

Хроматографическая колонка, стеклянная, длиной 1 м и внутренним диаметром 3,5 мм

IУ. Условия отбора проб воздуха

Исследуемый воздух со скоростью 1 л/мин аспирируют через фильтр "синяя лента", укрепленный в фильтродержатель. Для определения 1/2 ОБУВ достаточно отобрать 2 литра воздуха (при анализе методом ТСХ) или 0,5 л воздуха (при анализе методом ГЖХ). Срок хранения проб - 15 дней.

У. Условия анализа

Фильтр переносят в стакан и трижды промывают этилацетатом по 10 мл, при помешивании стеклянной палочкой. Растворитель сливают в колбу для отгонки растворителей, концентрируют пробу до объема 0,2-0,3 мл (при анализе методом ТСХ) или до объема 1 мл (при анализе методом ГЖХ).

Условия анализа методом ТСХ.

Пробу при помощи капилляров количественно наносят на хроматографическую пластинку, так чтобы размер пятна не превышал 0,5

см (по диаметру). Параллельно с пробой справа и слева наносят стандарты томилона, содержащие 0,5; 3,0; 5,0; 10 мкг препарата.

Пластинку помещают в камеру для хроматографирования (в которую предварительно, за 15 мин, наливают подвижную фазу) таким образом, чтобы край пластинки погружался в растворитель не более чем на 0,5 см. После поднятия подвижной фазы на высоту 10 см пластинку вынимают из камеры и оставляют на воздухе до полного испарения растворителей.

Условия хроматографирования и проявления томилона могут быть следующими:

а) подвижная фаза (гексан:эфир - 1:4). R_f =0,25 ± 0,03

б) подвижная фаза (четыреххлористый углерод:эфир - 1:4) R_f = 0,6±0,05.

При обработке бромфеноловым реактивом после нагревания при температуре 100°С препарат проявляется на пластинке в виде черных пятен на сиреневом фоне. При 20 минутном воздействии температуры 170–160°С–в виде коричневых пятен на белом фоне.

Количественное определение томилона в анализируемой пробе проводится визуально по интенсивности окрашивания и площади пятен стандартных растворов и проб.

Условия анализа методом ГЖХ.

Хроматографическую колонку с помощью вакуума заполняют готовой насадкой N -AW -ДМСС +5% SE-30. Колонку кондиционируют при температуре 160°С в течение 10 часов в токе азота со скоростью 1 л/час при отсоединенном детекторе. Общую подготовку прибора проводят согласно инструкции.

Условия хроматографирования

Длина колонки 1 м

Диаметр колонки - 3,0 мм

Твердый носитель - Хроматон N-AW -ДМСS

Жидкая фаза - 5% SE - 30

Температура колонки - 130°

Температура испарителя - 150°С

Температура детектора - 230°С

Скорость газа-носителя, азот ОСЧ - 3 л/час

Скорость диаграммной ленты - 0,6 см/мин

Объем вводимой пробы - 4 мкл

Абсолютное время удерживания - 2 мин 3 сек

Количественное определение проводят по соотношению: площадь пика-концентрация стандарта и пробы.

Содержание томилона в воздуха (X) в мг/м^3 вычисляют по формулам.

для ТСХ - $X=\frac{y}{V_{20}}$

для ГЖХ - $X=\frac{y_{ст} S_{пр} \cdot V_1}{S_{ст} V \cdot V_{20}}$, где:

y - количество препарата, найденное в хроматографируемом объеме пробы, мкг;

V_1 - общий объем пробы, мл;

V - объем пробы, взятый для хроматографирования, мл;

$y_{ст}$ - количество препарата в стандарте введенном в хроматограф, мкг;

$S_{пр}$ - площадь пика анализируемой пробы, мм^2;

$S_{ст}$ - площадь пика стандартной пробы, мм^2;

V_{20} - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

У. Требования безопасности.

Соблюдаются общие правила по технике безопасности, необходимые при работе с химическими реактивами и пестицидами.

УII. Разработчики.

Чепкунов А.Б., Шарипов И.М.

Узбекский научно-исследовательский институт санитарии, гигиены и профзаболеваний.

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