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 :

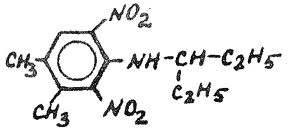
Л.Г. Александрова, Д.В. Гиренко, А.А.Калинина (секретарь), М.А. Клисенко (председатель), Г.И. Короткова, Г.А. Хохолькова (зам. председателя), В.Е. Кривенчук.

"УТВЕРЖДАЮ"
Заместитель Главного
Государственного санитарного врача СССР
А.И.ЗАИЧЕНКО
" 12 " мая 1983 г.
№ 2781 - 83

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ СТОМПА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Стомп - N - (1-этилпропил)-3,4-диметил-2,6-динитробензоламин.

Структурная формула



Эмпирическая формула
$C_{13}H_{19}N_3O_4$

М.м. 281,3

В чистом виде стомп представляет собой оранжево-желтые кристаллы без запаха. Растворимость в воде 0,3 мкг/л при 20°С. Хорошо растворим в органических растворителях. Т пл. 56-57°С, давление насыщенного пара $3,10^{-5}$ мм рт.ст. при 25°С. Устойчив в кислой и щелочной среде. Выпускается в форме концентрата эмульсии (330 г д.в. на 1 л препарата), 50% смачивающегося порошка и 33% гранулированного препарата. Препарат слабоядовит, $ЛД_{50}$ для белых крыс 2700-2930 мг/кг. При применении может находиться в воздухе в виде аэрозоля.

I. Характеристика метода

1. Определение основано на хроматографировании стомпа на носителе с неподвижной фазой SE-30 с детектором постоянной скорости рекомбинации (ГЖХ) и (или) в тонком слое пластинок типа "silufol" с последующим обнаружением зон локализации препарата по естественной окраске пятна (ТСХ).

2. Отбор проб воздуха проводится с концентрированием (бумажная обеззоленные фильтры "синяя лента").

3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы: - ГЖХ - 0,25 нг, ТСХ - 0,5 мкг.

4. Предел измерения в воздухе (при отборе 1000 л) - ГЖХ - 0,0005 мг/м^3, ТСХ - 0,005 мг/м^3.

5. Диапазон измеряемых концентраций - ГЖХ - 0,0005-0,005 мг/м^3, ТСХ - 0,005-0,04 г/м^3.

6. Определению не мешают нитрофенольные пестициды, наполнители технического препарата.

7. Граница суммарной погрешности измерения - ГЖХ - ±8,5%, ТСХ - ±15%.

8. Предельно допустимая концентрация стомпа в воздухе не установлена.

II. Реактивы, растворы, материалы

Стомп, х.ч.
н-Гексан, хч, ТУ 6-09-3375-78
Бензол, чда, ГОСТ 5955-75
Пластинки "silufol", (Хемапол, ЧССР) 15 х 15 см
Хроматон N-AW-ДМСS (0,16-0,20 мм) с 5% SE-30
Азот газообразный особой чистоты, ГОСТ 9293-74 (в баллоне с редуктором)
Фильтры бумажные обеззоленные ("синяя лента") диаметр 6-7 мм
Стандартный раствор стомпа (основной), содержащий 100 мкг/мл, готовят растворением 10 мг стомпа в н-гексане в мерной колбе на 100 мл.
Стандартные растворы (рабочие), содержащие 0,05-40 мкг/мл стомпа, готовят в градуированных пробирках емкостью 10 мл соответствующим разбавлением н-гексаном основного стандартного раствора.
Растворы можно хранить длительное время в склянках с притертой пробкой, в холодильнике.

III. Приборы и посуда

Электроаспиратор для отбора проб воздуха, ТУ 64-1-862-77
Ротационный вакуумный испаритель, ИР-1М, ТУ 25-11-917-74, или аналогичный прибор для отгонки растворителей под вакуумом
Фильтродержатели

Баня водяная, ТУ 64-I-2850 -76
Камера хроматографическая, ГОСТ I0565-63
Вакуумный водоструйный насос, ГОСТ I0396-75
Микрошприц на I0 мкл, ТУ 5Е 2.833.024
Посуда лабораторная стеклянная мерная, ГОСТ I770-74
Вата стеклянная
Секундомер
Измеритель
Линейка
Хроматограф "Цвет-I06" с детектором постоянной скорости рекомбинации электронов или аналогичный прибор

IУ. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 5 л/мин протягивают через бумажный обеззоленный фильтр ("синяя лента"), помещенный в фильтродержатель. Для анализа отбирают I00 л воздуха. Срок хранения отобранных проб - 5 суток.

У. Условия анализа

Фильтр помещают в стакан емкостью I00 мл, заливают I5-20 мл н-гексана и оставляют на I0-I5 мин. Гексановый экстракт сливают в грушевидную колбу ротационного испарителя, тщательно отжимая фильтр стеклянной палочкой. Эту операцию повторяют 3-4 раза. Растворитель испаряют до объема 0,5-I,0 мл под вакуумом, а затем при комнатной температуре досуха. Сухой остаток растворяют в I мл н-гексана, колбу закрывают пришлифованной пробкой, тщательно обмывают стенки колбы растворителем и анализируют методом ГЖХ и (или) ТСХ.

Анализ методом ГЖХ

Хроматографическую колонку заполняют хроматоном N-AW -ДМСS (0,I6-0,20 мм) с 5% SE-30 с применением вакуума, концы колонки закрывают стекловатой и кондиционируют при скорости азота 60 мл/мин при температуре 230°С в течение 6 часов без подсоединения к детектору. Общую подготовку прибора проводят согласно инструкции.

Условия определения на хроматографе

Длина колонки-I м
Диаметр колонки-3 мм

Твердый носитель хроматон N-AW-ДМСS
Жидкая фаза - SE-30 (5%)
Температура колонки - 210°С
Температура испарителя - 200°С
Температура детектора - 230°С
Скорость потока азота для продувки колонки - 60 мл/мин
Скорость потока азота для продувки детектора - 150 мл/мин
Скорость диаграммной ленты самописца - 240 мм/час
Рабочая шкала электрометра - 20.10^{-12}а
Объем вводимой пробы - 5 мкл
Абсолютное время удерживания стомпа составляет - 3 мин 8 сек.
Количественное определение препарата проводят методом абсолютной калибровки по высоте пиков.

Для построения градуировочного графика в хроматограф вводят последовательно по 5 мкл стандартных растворов стомпа с концентрацией 0,05, 0,1, 0,2, 0,3, 0,5 мкг/мл (нг/мкл), измеряют высоту пиков и вычисляют среднее арифметическое из 5-ти определений. После этого строят график зависимости высоты пика, от количества стомпа.

Концентрацию стомпа в мг/м^3 воздуха (X) вычисляют по формуле

$$X = \frac{G \cdot V_1}{V \cdot V_{20}},$$ где:

G – количество стомпа, найденное по градуировочному графику, нг;
V_1 – общий объем раствора пробы, мл;
V – объем раствора пробы, введенный в хроматограф, мкл;
V_{20} – объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

Анализ методом ТСХ

Пробу в н-гексане сконцентрированную до объема 0,2–0,3 мл, количественно наносят при помощи капиллярной пипетки на стартовую линию пластинки. Рядом с пробой наносят по 0,1 мл каждого рабочего стандартного раствора стомпа, чтобы получить шкалу с содержанием 0,5, 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 мкг стомпа в каждом пятне. Пластинку помещают в хроматографическую камеру, куда за 10 – 15 мин до хроматографирования наливают смесь растворителей н-гексан:бензол (1:1) в таком количестве, чтобы глубина погружения

слоя в растворитель составила 0,5 см. После подъема фронта растворителя от линии старта на высоту 10 см хроматографирование прекращают. О наличии стомпа в пробе воздуха свидетельствует появление на хроматограмме желтого пятна препарата с R_f 0,62-0,65.

Количество стомпа в пробе определяют по площади пятна. Для этого вычисляют площадь пятна стомпа из пробы воздуха и площадь пятна стандарта, близкого по интенсивности окраски к пятну из пробы. Площадь пятен вычисляют аналогично вычислению площади прямоугольника, используя в качестве сомножителей размеры пятна по вертикальной и горизонтальной оси.

Концентрацию стомпа в мг/м^3 воздуха (X) вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot S_2}{S_1 \cdot V_{20}}$$, где:

C – количество стомпа в пятне стандарта, близкого по окраске к пятну пробы, мкг;

S_1 – площадь пятна стандарта, мм^2;

S_2 – площадь пятна пробы, мм^2;

V_{20} – объем пробы воздуха, отобранный для анализа и приведенный к нормальным условиям, л.

УI. Требования безопасности

Необходимо соблюдать требования безопасности, рекомендуемые для работы с ядовитыми веществами, органическими растворителями, сжатыми газами.

УII. Разработчики.

Шамгадина А.М., Клюсенко М.А., Гиренко Д.Б.,
РНИИГИНТОКС, 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