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 "

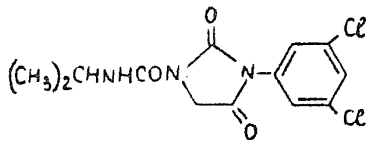
Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР

А.И.ЗАЙЧЕНКО

" 24 " августа 1983 г.

№ 2863-83

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



М.м. 330,17

1-(N-Изопропилкарбомоил)-3-(3,5-дихлорфенил)гидантоин.

Ровраль (ипродион) - белое кристаллическое вещество с температурой плавления 136°С.В воде малорастворим, хорошо растворяется в большинстве органических растворителей. При нормальных условиях хранения устойчив и малолетуч. Выпускается в виде 50%-ного смачивающегося порошка. При применении может находиться в виде аэрозоля.

I. Характеристика метода

I.Определение основано на хроматографировании ровраля в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зон локализации препарата по реакции азосочетания.

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

3.Предел измерения-0,5 мкг в анализируемом объеме пробы.

4.Предел измерения-0,1 мг/м^3, при отборе 5л воздуха.

5.Диапазон измеряемых концентраций-0,1-6,0 мг/м^3.

6.Определению не мешают препараты дерозал, бенлат, зупарен, применяемые, как и ровраль, в борьбе с серой гнилью.

7.Граница суммарной погрешности измерения-± 16,5%.

8.Ориентировочно безопасный уровень воздействия ровраля-1,0 мг/м^3.

П. Реактивы, растворы, материалы

Ровраль, х.ч.

Пластинки хроматографические "Силуфол"

Этанол, ТУ-6-09-17-10-77, 96%

Хлороформ, ч.д.а., ГОСТ 20015-74

Гексан, ТУ 6-09-3375-78

Бутиловый спирт, ч.д.а., ГОСТ 6006-78

Толуол, ч.д.а., ГОСТ 5789-78

Натр едкий, х.ч., ГОСТ 4328-77, 1н раствор

Кислота соляная, чда, ГОСТ 3118-77, концентрированная, 5н раствор, 1н раствор, 0,1н раствор

Натрий азотистокислый, чда, ГОСТ 4197-75

Аммоний хлористый, хч, ГОСТ 3773-72

Аммоний сульфаминовокислый, ч, ТУ 6-09-1747-72

N- (1-нафтил)этилендиамин дигидрохлорид, ч, ТУ 6-09-2544-72

Ацетон, ГОСТ 2603-79

Калий едкий, ГОСТ 9285-78, 15% этанольный раствор

1-нафтол, ГОСТ 5838-70

Дифениламин, ГОСТ 7825-70

Цинк хлористый, ГОСТ 4529-78

Фильтры бумажные "синяя лента", ТУ 6-09-1678-77

Подвижные фазы : толуол-этиловый спирт (9:1); гексан-бутил-

ловый спирт (4:1), гексан-ацетон (3:2).

Реагенты : № 1 - к 10г азотистокислого натрия приливают 20мл концентрированной соляной кислоты и доводят объём жидкости до 50 мл дистиллированной водой. Раствор используется свежеприготовленным;

№ 2 - 2г натрия азотистокислого растворяют в 100 мл 0,1н раствора соляной кислоты;

№ 3 - 5 г аммония хлористого или сульфаминовокислого растворяют в 100 мл 0,1н раствора соляной кислоты;

№ 4 - к 2,8 г едкого калия приливают 50 мл дистиллированной воды и добавляют 0,1 г 1-нафтола. Раствор устойчив в течение 7 дней при хранении на холоде;

№ 5 - 0,5 г дифениламина растворяют в 100 мл ацетона и добавляют 0,5 г цинка хлористого. Раствор используется свежеприготовленным;

№ 6 - 5 г N-(1-нафтил)этилендиамин дигидрохлорида растворяют в 100 мл 1н раствора соляной кислоты. Раствор устойчив в течение месяца.

Стандартный раствор ровраля в хлороформе или этаноле с содержанием 100 мкг/мл. Раствор устойчив в течение 10 дней при хранении на холоде.

III. Приборы и посуда

Аспирационное устройство

Фильтродержатели

Прибор для отгонки растворителя

Камера для хроматографирования, ГОСТ 10565-75

Камера для опрыскивания

Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 10391-74

Посуда лабораторная стеклянная, ГОСТ 1770-74

Микропипетки на 0,I мл или медицинский шприц на I мл для нанесения проб и стандартных растворов.

Денситометр БИАН-I70

IУ. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 5 л/мин протягивают через бумажный фильтр "синяя лента". Для определения I/2 ОБУВ ровраля следует отобрать 5 л воздуха.

У. Условия анализа

Фильтр переносят в химический стакан и заливают 8-I0 мл хлороформа или этанола. Экстрагируют ровраль при периодическом встряхивании в течение 20-30 минут. Растворитель сливают в колбу прибора для отгонки растворителя. Фильтр дважды промывают 2-3 мл хлороформа или этанола и промывные порции объединяют с экстрактом. Растворитель упаривают до объёма 0,2-0,5 мл и наносят количественно на хроматографическую пластинку. Пластинку помещают в камеру для хроматографирования, предварительно заполненную одной из подвижных фаз : толуол- этиловый спирт (9:I); гексан-бутиловый спирт (4:I); гексан- ацетон (3:2).

После достижения фронтом растворителя I0-I2 см, пластинку вынимают из камеры и оставляют на воздухе (под вытяжкой) для удаления следов подвижной фазы. В зависимости от проявляющего реактива условия проявления хроматограмм следующие.

I. Опрыскивают пластинку смесью Iн раствора едкого натра и этилового спирта (50:50). Выдерживают пластинку в сушильном шкафу при I20°С в течение I0 минут. Затем опрыскивают 5н раствором соляной кислоты и последовательно растворами № 2 и № 3. Высушивают пластинку в токе воздуха и опрыскивают реагентом № 6.

II. Опрыскивают пластинку I5% этанольным раствором едкого калия, подвергают термической обработке при I50°С в течение 20

минут. Затем последовательно обрабатывают реактивом № I и реагентом № 4 или № 5.

При наличии ровраля на хроматограммах проявляются розово-фиолетовые пятна при применении N-(I-нафтил)этилендиамина дигидрохлорида, оранжевые пятна - 1-нафтола или малиновые - дифениламина. R_f пятен 0,50-0,55.

Содержание вещества в пробе находят по градуировочному графику, для построения которого на ряд пластинок наносят стандартные растворы ровраля с содержением 0,5; I; 2....30 мкг вещества. Разивают и обрабатывают хроматограммы, как описано выше. Затем получают денситограмму и строят график зависимости площади денситограммы от концентрации ровраля. Линейная зависимость функции $S_{мм}2 = f(C)$ сохраняется в пределах 0,5-30 мкг.

По градуировочному графику находят концентрацию ровраля в хроматографируемой пробе. Содержание ровраля в мг/м^3 воздуха (X) рассчитывают по формуле :

$$X = \frac{A}{У_{20}}$$

где: A - количество ровраля в пробе, мкг;

$У_{20}$ - объём воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

УI. Требования безопасности

Меры предосторожности при работе с ровралем - как с малотоксичными препаратами. Все операции следует проводить в вытяжном шкафу.

УII. Разработчики.

Хохолькова Г.А.- Киевский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Багдасарян Л.С., Бунятян Ю.А.- Армянский филиал ВНИИГИНТОКС·а.

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