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.

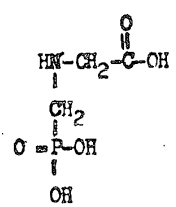
Методические указания согласованы и одобрены отделом перспективного планирования санэпидслужбы ИМПиТМ им. Марциновского Е.И. и лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

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.
№ 2854-83

ВРЕМЕННЫЕ
Методические указания
по хроматографическому измерению концентрации
раундапа в воздухе рабочей зоны



М.м. 170,

Раундап (синоним-глифосат, действующее начало - N-фосфонометилглицин) - белое кристаллическое вещество, Т. разложения 230°С. Растворимость в воде при 25°С - 1%. Плохо растворим в органических растворителях. Практически не летуч. При применении может находиться в воздухе в виде аэрозоля.

I. Характеристика метода

1. Определение основано на хроматографировании раундапа в тонком слое ионообменной смолы пластинок "Фиксион 50×8" с последующим обнаружением зоны локализации препарата с помощью раствора нингидрина.
2. Отбор проб проводится с концентрированием (фильтр АФА-ХА-20).
3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы-I мкг.
4. Предел измерения в воздухе-0,5мг/м^3 (при отборе 2л воздуха).
5. Диапазон измеряемых концентраций - 0,5 - 15мг/м^3.
6. Определению раундапа мешают соединения, содержащие в своем составе первичные и вторичные аминогруппы, дающие цветную реакцию с нингидрином.
7. Граница суммарной погрешности измерения ± 12%.

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

II. Реактивы, растворы, материалы

Раундап, хч
Вода бидистиллированная
Натрий тетраборнокислый, чда, ГОСТ 4199-76, 0,05М водный раствор (pH 9,18).
Нингидрин, чда, ТУ6-09-2737-73
Ацетон, х.ч., ГОСТ 2603-79
Кадмий уксуснокислый, чда, ГОСТ 5824-71
Уксусная кислота (ледяная), хч, ГОСТ 61-75
Этиловый спирт, 96%, ТУ6-09-1710-77
Медь азотнокислая (II), хч, ТУ6-09-3757-74
Азотная кислота, хч, ГОСТ 4461-77
Ионообменная смола КУ-2-8, ГОСТ 20298-74
Соляная кислота, хч, ГОСТ 3118-77, 25%-ный водный раствор
Стекловата
Пластинки хроматографические "Фиксион"50х8" (ВНР)

Ионообменная хроматографическая колонка с КУ-2-8: катионит КУ-2-8, с размером зерен 0,4-1,5мм, помещают в химический стакан емкостью 250мл, заливают бидистиллированной водой и оставляют на 24 часа для набухания. Воду затем сливают, а катионит заливают 25%-ной соляной кислотой и встряхивают на встряхивателе в течение 1 часа, затем промывают трижды бидистиллированной водой и осторожно переносят вместе с водой в хроматографическую колонку (высота столбика смолы 16-17см). Сверху катионит уплотняют тампоном из стекловаты. Через колонку пропускают 50мл 25%-ной соляной кислоты при скорости элюации 3-4мл/мин и промывают бидистиллированной водой до pH 7. Переведенный таким образом в H^+- форму катионит готов для проведения хроматографических разделений.

Для регенерации катионита после хроматографического разделения, колонку заливают 10%-ным водным раствором едкого натра, оставляя его в контакте с катионитом в течение 30-40минут. После этого раствор из колонки удаляют, а к катиониту прибавляют свежую порцию раствора щелочи. Такую обработку катионита проводят 2-3 раза. Затем катионит промывают бидистиллированной водой и переводят в H^+-форму, как описано выше.

Подвижная фаза: 0,05М раствор натрия тетраборнокислого в бидистиллированной воде.

Проявляющий реактив №1: 1%-ный раствор нингидрина в ацетоне. Стабилен в течение 1 месяца при хранении в холодильнике.

Проявляющий реактив №2: 1г кадмия уксуснокислого в смеси 50мл ледяной уксусной кислоты и 100мл воды. Стабилен в течение 1 месяца при хранении в холодильнике.

Проявляющий реактив 1а: 0,2% раствор нингидрина в этаноле и 3мл ледяной уксусной кислоты. Стабилен в течение 1 месяца при хранении в холодильнике.

Проявляющий реактив 2а: 1мл насыщенного водного раствора меди азотнокислой с 0,2мл 10%-ной азотной кислоты доводят до 100мл этиловым спиртом. Стабилен в течение 1 месяца при хранении в холодильнике.

Стандартный раствор раундапа в дистиллированной воде концентрации 1000мкг/мл. Готовят из хч препарата. Стабилен в течение 1 месяца, при хранении в холодильнике.

III. Приборы и посуда

Денситометр БИАН-170, модель 714
Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-77
Фильтродержатели
Фильтры АФА-ХА-20
Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, на 100, 1000мл
Колбы конические, ГОСТ 10394-72, на 50мл
Колбы круглодонные, ГОСТ 10394-72, на 250мл
Стаканы химические, ГОСТ 10394-72, на 100, 250мл
Пипетки, ГОСТ 20292-74, на 0,1, 1, 2, 5мл с делениями
Баня водяная, ТУ 46-22-608-75
Ротационный испаритель, ТУ 25-11-917-76, тип ИР-1М
Камера для хроматографирования, ГОСТ 1065-75
Ванна термостатируемая для хроматографической камеры
Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 19391-74
Хроматографическая колонка (внутренний диаметр 1,5см, высота 30см).
Камера для опрыскивания
Микрошприц МШ-10
Шкаф сушильный
Вентилятор или фен
Встряхиватель, ТУ 64-1-1081-73, тип АВУ-1

IУ. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 2л/мин аспирируют через фильтр АФА-ХА-20. Для определения 1/2 ОБУВ раундапа достаточно отобрать 2л.

У. Условия анализа

Фильтры переносят в коническую колбу на 50мл и экстрагируют трижды по 10мл бидистиллированной воды. Экстрагируют глифосат при периодическом встряхивании в течение 10-15 минут. Объединенные экстракты вводят в хроматографическую колонку непосредственно на поверхность катионита. Открывают кран колонки и собирают элюат в химический стакан на 100мл. После того, как экстракт войдет в слой смолы, промывают колонку еще 50мл бидистиллированной воды и собирают в тот же стакан. Переносят содержимое стакана в круглодонную колбу на 250мл, ополаскивают стакан еще 10-15мл бидистиллированной воды и переносят в ту же колбу. Подсоединяют колбу к прибору для отгонки растворителя под вакуумом и, нагревая на водяной бане не выше 40°С, отгоняют воду, при этом температуру бани медленно поднимают до 40°С. Сухой остаток растворяют в минимальном количестве бидистиллированной воды и количественно наносят микрошприцем или микропипеткой, последней предпочтительнее, на пластинку "Фиксион 50х8" на 2см от нижнего края пластинки не повреждая слоя смолы и пятном не более 0,5см в диаметре, подсушивая рассеянной струей воздуха. Пластинку помещают в хроматографическую камеру с 1см слоем 0,05М раствора натрия тетраборнокислого в бидистиллированной воде. Хроматографическую камеру предварительно помещают в термостетируемую водяную ванну (50°С). Термостатирование осуществляют на все время развития хроматограммы восходящим способом. Хроматографическую камеру в ванну устанавливают под небольшим наклоном, чтобы конденсирующиеся на крышке камеры водяные капли стекали с нее по стенке камеры, не попадая на хроматографическую пластинку. Для этого достаточно подложить под одну из сторон камеры стеклянный валик ∅ 1см.

После окончания хроматографирования (около 90минут), пластинку высушивают на воздухе и обрабатывают проявляющими растворами. Проявление проводят двумя возможными вариантами ; 1). обрабатывают пластинку смесью проявляющих растворов 1 и 2 (5:1 по объему), высушивают на воздухе, а затем в сушильном шкафу 5мин при температуре 110°С; 2). обрабатывают пластинку проявляющим реактивом 1а, высушивают на воздухе и в сушильном шкафу 5 мин, при температу-

ре 110°С, а затем обрабатывают проявляющим реактивом 2а.

Расход всех реактивов для обработки хроматограмм должен быть минимальным, а струя растворов - рассеянной. Раундап проявляется в виде розовато-красных пятен на светло-желтом фоне пластинки (R_f - 0,82).

Содержание вещества в пробе находят по калибровочному графику, отражающему зависимость площади пятна от концентрации раундапа в пробе [$S_{мм^2} = f(c)$]. Для построения калибровочного графика поступают следующим образом. На ряд пластинок наносят стандартные растворы раундапа с содержанием I; 2; 5; I0; 20; 30мкг вещества. Развивают и обрабатывают хроматограммы, как описано выше. Затем в отраженном свете при помощи денситометра ЕИАН-170 снимают денситограмму площади пятен и строят график зависимости площади пятне от концентрации раундапа. Линейная зависимость функции $S_{мм^2} = f(c)$ сохраняется в пределах I - 30мкг.

Определяя денситометрически площадь исследуемого пятна, по графику находят содержание раундапа в пробе.

Концентрацию раундапа в воздухе (X) в мг/м^3 рассчитывают по формуле

$$X = \frac{\varphi}{V_{20}}, \text{ где:}$$

φ - количество раундапа найденное в пробе, мкг;

V_{20} - объем пробы воздуха, отобранного для анализа и приведенного к стандартным условиям, л.

УI. Требования безопасности

Соблюдать правила предосторожности необходимые при работе с ядовитыми, взрыво- и легковоспламеняющимися веществами.

УII. Разработчики.

Бунятян Е.А., Геворкян А.А.,
Армянский филиал ВНИИГИНТОКС-а, г. Ереван

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