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.

диапазона (I0 мкг), то для нанесения на пластинку необходимо брать аликвотную часть экстракта (0,I; 0,2 мл и т.д.) параллельной пробы.

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

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

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

V_1 – общий объем пробы, мл;

V – объем пробы, взятый для хроматографирования, мл;

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

УI. Требования безопасности

Необходимо соблюдать общепринятые правила безопасности при работе с органическими растворителями и токсическими веществами.

УII. Разработчики.

Гиренко Д.Б., Клисенко М.А., Фокина С.А.
ВНИИГИНТОКС, г.Киев.

"Утверждаю"

Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР

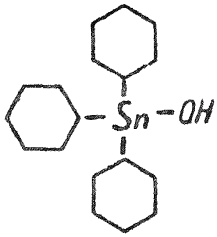
_____ А.И.Заиченко

"22" октября 1981г.

№ 2459-81

Временные

Методические указания по хроматографическому измерению концентраций пликтрана в воздухе рабочей зоны.



М.м. 385,0

Пликтран (циклогексатин, действующее начало - трициклогексилоловогидроксид) - белое кристаллическое вещество;

Т. пл. 245°С, однако при обычных условиях точка плавления равна температуре плавления бис-трициклогексилолово-оксида, который образуется при 120-137°С. Точка плавления технического продукта (95-96% чистоты) - 195-198°С. Растворимость в 100г растворителя (20°С): хлороформ - 21,6; метанол - 3,7; метилен хлористый - 3,4; четыреххлористый углерод - 2,8; бензол - 1,6; диэтиловый эфир - 0,69; ксилол - 0,36; ацетон - 0,13; вода - 0,0001%.

Нелетуч, стабилен в нормальных температурных условиях и при температуре до 52°С. Водная суспензия пликтрана стабильна в пределах pH слабокислой и щелочной. При взаимодействии с сильными кислотами образуется соль. Препаративная форма пликтрана стабильна в течение 2-х лет при хранении в нормальных условиях.

При применении может находиться в воздухе в виде аэрозоля.

I. Характеристика метода.

I. Определение основано на хроматографировании пликтрана в

тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зон локализации препарата путем обработки: а) гематоксилином, б) пирокатехоловым фиолетовым, в) кверцетином.

2. Отбор проб проводится с концентрированием (фильтры бумажные "синяя лента")
3. Предел измерения в воздухе – 0,016мг/м^3(при отборе 30л воздуха).
4. Предел измерения в анализируемом объеме – 0,5мкг.
5. Диапазон измеряемых концентраций – 0,016 – 1,0мг/м^3.
6. Определению не мешают препараты акрекс, кельтан, антио, фосфамид применяемые, как и пликтран, против растительноядных клещей.
7. Граница суммарной погрешности измерения – ±12,2%.
8. ОБУВ пликтрана-0,2мг/м^3.

II. Реактивы, растворы, материалы.

Пликтран, х.ч.
н-Гексан, хч, ТУ 6-09-3375-78
Уксусная кислота, хч, ГОСТ 61-75
Этиловый спирт, хч, ТУ 6-09-1710-77
Серная кислота, чда, ГОСТ 4204-77, 0,2н водный раствор
Лимонная кислота, хч, ГОСТ 908-79, 0,5% водный раствор
Гематоксилин, хч, имп.
Пирокатехоловый фиолетовый, индикатор, чда, ТУ 6-09-07-1087-78
Кверцетин, хч, (ЧССР)
Пластинки хроматографические "Силуфол" (ЧССР)
Фильтры бумажные беззольные "синяя лента", ТУ 6-09-1678-77
Подвижная фаза: гексан-уксусная кислота (49:10,5)
Проявляющий реактив №1 : 0,1% раствор гематоксилина в этиловом спирте. Устойчив в течение 1 недели.
Проявляющий реактив №2 : насыщенный раствор пирокатехолового фиолетового в этиловом спирте. Устойчив в течение 1 недели.
Проявляющий реактив №3 : 0,1% раствор кверцетина в этиловом спирте. Устойчив в течение 1 недели.

Стандартный раствор пликтрана с содержанием 100мкг действующего вещества в 1мл гексана готовят из хч вещества. Хранят в сухом, прохладном месте не более 1 месяца.

III. Приборы и посуда

Аспирационное устройство
Фильтродержатели
Прибор для отгонки растворителя, ТУ 25-11-917-74
Колбы конические, ГОСТ 10394-72, на 250мл
Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74, на 50, 100мл
Колбы круглодонные, ГОСТ 10394-72, на 100мл
Пипетки, ГОСТ 20292-74, на 1, 5, 10мл
Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, на 100мл
Стаканы химические, ГОСТ 10394-72, на 50, 100мл
Воронки лабораторные, ГОСТ 8613-73
Камера для хроматографирования, ГОСТ 1065-66
Камера для опрыскивания
Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 19391-63
Ртутно-кварцевая лампа ПРК-2 или ПРК-4, ТУ 16-535-280-74
Аппарат для встряхивания жидкости в лабораторной посуде, ТУ 64-1-1081-73
Денситометр БИАН-170, ТУ 64-1-56-73

IУ Условия отбора проб воздуха.

Исследуемый воздух со скоростью 3л/мин аспирируют через бумажный фильтр "синяя лента". Для определения 1/2 ОБУВ следует отобрать не более 30л воздуха.

Пробы хранить не более суток.

У. Условия анализа.

Фильтр переносят в коническую колбу на 250мл и заливают 15-20мл гексана. Экстрагируют пликтран на встряхивателе в течение 5 минут. Растворитель сливают в колбу прибора для его отгонки. Фильтр дважды промывают небольшими порциями гексана и промывные жидкости также сливают в колбу прибора для отгонки растворителя. Растворитель выпаривают при температуре 50°С до небольшого объема и экстракт количественно наносят на хроматографическую пластинку. Затем развивают хроматограмму в системе подвижных растворителей гексан-уксусная кислота (49:10,5). После окончания хроматографирования пластинку вынимают из камеры и оставляют на несколько минут на воздухе (под вытяжкой) для удаления следов растворителя. Хроматограммы проявляют одним из нижеспе-

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