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.

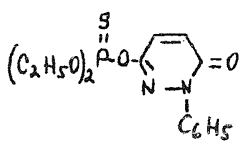
Методические указания согласованы и одобрены отделом перспективного планирования санэпидслужбы ИМПиТМ им. Марциновского Е.И. и лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

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.
№ 2850-83

# ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ОФУНАКА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



М.м. 340,I

Офунак-(пиридафентион), - действующее начало. О-(2-фенилпиридазон-3-ил-6)- О,О диэтилтиофосфат - светло-желтое кристаллическое вещество. Практически не растворим в воде, растворим во многих органических растворителях, в том числе спиртах, ароматических углеводородах. При кипячении со щелочами разлагается. При применении может находится в воздухе в виде паров и аэрозоля.

I. Характеристика метода

I. Определение основано на хроматографировании анализируемого соединения в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зон локализации препарата путем обработки реактивом Драгендорфа.

2. Отбор проб производится с концентрированием (бумажный фильтр "синяя лента" или стеклянный фильтр Шотта, смесь ацетон-вода 7:3).

3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы-2 мкг

4. Предел измерения в воздухе-0,2 мг/м$^3$ (при отборе 10 л воздуха).

5. Диапазон измеряемых концентраций-0,2-10 мг/м$^3$

6. Определению не мешают наполнители технического препарата.

7. Граница суммарной погрешности измерения: ± 19,9%

8. ОБУВ офунака - 0,5 мг/м$^3$.

II. Реактивы, растворы, материалы

Ацетон,ч.,ГОСТ 2603-79
Гексан, хч.,ТУ 6-09-3375-78
Хлороформ, хч., ГОСТ 20015-74
Диэтиловый эфир,хч., ГОСТ 6262-79
Сульфат натрия безводный,ч.,ГОСТ 4166-76
Нитрат висмута основной,ч.,ГОСТ 4110-75
Винная кислота,ч.,ГОСТ 5817-77
Иодид калия,хч.,ГОСТ 4232-79
Сульфат кальция,чда.,ГОСТ 3210-77
Силикагель ЛС 5/40 μ + 15% гипса для тонкослойной хроматографии (Chemapol ,ЧССР)
Фильтры бумажные беззольные "синяя лента"
Подвижная фаза: гексан-ацетон(1:1)
Проявляющий реактив (реактив Драггендорфа). Готовят:
Раствор А - 1,7 г основного нитрата висмута растворяют в 80 мл дистиллированной воды и добавляют 20 г винной кислоты.
Раствор Б - 16 г иодида калия растворяют в 40 мл дистиллированной воды. Растворы А и Б смешивают в равных объемах. При хранении в темном прохладном месте. раствор стоек в течение года.
Рабочий раствор. Для обработки одной пластинки отбирают 1 мл приготовленного основного раствора, прибавляют 2 г винной кислоты и разбавляют 10 мл дистиллированной воды.
Стандартный раствор офунака, содержащий 100 мкг/мл вещества, готовят растворением 10 мг препарата в мерной колбе с притертой пробкой в 100 мл ацетона. Хранят в холодильнике не более 2-х месяцев.

III. Приборы и посуда

Электроаспиратор для отбора проб воздуха,ТУ-64-1-862-77

Фильтродержатели
Стеклянный фильтр Шотта, №2, диаметр пор 40 мк
Склянка для промывания и очистки газов (склянка Дрекселя), ТУ .25-II-1062-75
Ротационный вакуумный испаритель для отгонки растворителей, МРТУ 42-2589-66
Водяная баня
Воронки делительные емк. 250 мл, ГОСТ 1770-74
Колбы конические емк. 100 мл, ГОСТ 10394-72
Колбы грушевидные, ГОСТ 10394-72
Воронки химические диаметром 6 см, ГОСТ 8613-75
Колбы мерные на 25 мл, ГОСТ 1770-74
Цилиндры мерные на 50 мл, ГОСТ 1770-74
Камера хроматографическая, ГОСТ 10565-63
Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 19391-63
Пластинки стеклянные 90 х 120 мм
Приготовление реактивов: 14 г силикагеля ЛС 5/40 смешивают с 1 г гипса, тщательно растирают, добавляют 40 мл дистиллированной воды, хорошо перемешивают. Полученную однородную массу наносят на 6-7 пластинок размером 90 х 120 мм (пластинки предварительно обезжиривают).

IУ. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 1 л/мин последовательно аспирируют через помещенный в фильтродержатель бумажный фильтр "синяя лента" (или стеклянный фильтр Шотта) и для поглощения паров через склянку Дрекселя, содержащую 50 мл смеси ацетон-вода 7:3 в течение 20 мин. Для определения 1/2 ОБУВ следует отобрать 10 л воздуха. Длительность хранения пробы не более 2-х суток.

У. Условия анализа

Бумажный фильтр, содержащий аэрозоль, из фильтродержателя помещают в коническую колбу и заливают 20 мл ацетона. Экстрагируют пестицид из фильтра в течение 30 мин. Экстракцию повторяют дважды. Объединяют ацетоновый экстракт, сушат безводным сульфатом натрия и переносят в колбу для отгонки растворителя.

Смесь ацетон-вода из склянки Дрекселя переносят в делитель-

ную воронку, прибавляют 150 мл дистиллированной воды и экстрагируют препарат дважды по 20 мл хлороформа. Объединяют органический слой, сушат безводным сульфатом натрия, сливают в колбу для отгонки растворителей.

Упаривают органический растворитель до объема 0,2-0,3 мл при температуре бани не выше 60°С. Далее проводят определение методом ТСХ. (Если для поглощения аэрозоля использовали стеклянный фильтр с пористой пластиной, то поверхность фильтра смывают дважды по 20 мл ацетона, тщательно обмывая поверхность фильтра, сливают ацетон через слой сульфата натрия в колбу для отгонки растворителя. Из поглотителя препарат экстрагируют так, как описано выше. Объединяют органический слой, концентрируют и анализируют методом ТСХ).

Подготовленную пробу количественно наносят при помощи капиллярной пипетки на хроматографическую пластинку так, чтобы диаметр пятна не превышал I см. Центр пятна должен быть на расстоянии I,5 см от нижнего края пластинки. Колбу с экстрактом 2-3 раза смывают небольшими порциями диэтилового эфира, который также наносят в центр пятна. Справа и слева от пробы наносят серию стандартных растворов пестицида, содержащие 2, 5, 7 и I0 мкг препарата.

Пластинку с нанесенными растворами помещают в хроматографическую камеру, в которую за 30 мин до хроматографирования налита смесь гексан-ацетон I:1. После поднятия фронта подвижного растворителя на I0 см, пластинку вынимают и оставляют на несколько минут на воздухе для испарения подвижного растворителя. После этого пластинку обрабатывают из пульверизатора рабочим раствором реактива Драгендорфа. Офунак проявляется в виде пятен кирпично-красного цвета на желтом фоне. $R_f$ офунака 0,65±0,05.

Количество препарата в пробе определяют сравнением интенсивности окраски и площади пятен пробы и стандартного раствора. Строится калибровочный график зависимости количества препарата в мкг от площади и интенсивности пятна. Прямолинейная зависимость между площадью и интенсивностью пятна и содержанием препарата в пятне соблюдается в интервале I-I0 мкг.

Если содержание препарата в пробе превышает верхнюю границ

# 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