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.

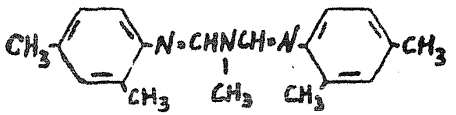
РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ :

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
" 12 " мая 1983 г.
№ 2809-83

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по хроматографическому и газохроматографическому измерению концентраций митака в воздухе рабочей зоны



$C_{19}H_{23}N_3$
М.м. 293,4

Митак (синоним-амитраз, действующее начало - I.3 - ди (2,4-ксилилимино) - 2 - метил - 2 - азопропан) - белое кристаллическое вещество, Т.пл. 86-87°С. Растворимость в воде: I мг/л, в ацетоне и толуоле: 300 г/л. С кислотами дает соли, сильные кислоты быстро разрушают митак. Выпускается в виде м.э., содержащего 200 г/л действующего вещества, и I25 г/л для применения на животных.

Агрегатное состояние в воздухе - пары и аэрозоль.

I. Характеристика метода

I. Определение основано на: I) хроматографировании митака в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зон локализации препарата путем обработки смесью растворов иодистого калия с водорастворимым крахмалом; 2) газожидкостной хроматографии с использованием прибора с термоионным детектором.

2. Отбор проб проводится с концентрированием (фильтр АФА-ВП-20 , этанол)

3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы:- I мкг (ТСХ), 4 нг (ГЖХ).

4. Предел измерения в воздухе:- 0,25 мг/м^3 (при отборе 4 л воздуха).

5. Диапазон измеряемых концентраций:- 0,25-7,5 мг/м^3 (ТСХ); 0,25-25,0 мг/м^3 (ГЖХ).

6. Определению не мешают: фозалон, рогор, антио, базудин (ТСХ и ГЖХ), толуин (ТСХ).

7. Граница суммарной погрешности измерения: ± I9,5% (ТСХ), ± I5,5% (ГЖХ).

8. Ориентировочно безопасный уровень воздействия митака в воздухе рабочей зоны 0,5 мг/м^3 (рекомендуемый).

II. Реактивы, растворы, материалы

Митак, х.ч.

Ацетон, х.ч., ГОСТ 2603-79

Этанол, ч., ГОСТ I8300-72

Фильтры АФА-ВП-20

Стандартный раствор митака в ацетоне концентрации I00 мкг/мл. Устойчив в течение месяца при условии хранения на холоде в плотно закрытой колбе.

К методу ТСХ.

Гексан, ч., ТУ 6-09-3375-78

Калий иодистый, х.ч., ГОСТ 4232-74

Бензол, х.ч., ГОСТ 5955-75

Крахмал водорастворимый, ч., ГОСТ 10163-76

Калий марганцовокислый, х.ч., ГОСТ 20490-75

Кислота соляная, концентрированная, х.ч., ГОСТ 3118-77

Подвижная фаза: 1) гексан-ацетон (9:1)

2) бензол-этанол (5:1)

Проявляющий реактив: 50 мл 1% раствора иодистого калия смешивают с 50 мл 3% свежеприготовленного раствора водорастворимого крахмала. К полученной смеси добавляют 20 мл этанола. Раствор хранят на холоде в течение двух недель.

К методу ГЖХ.

Носитель для газовой хроматографии-хроматон N-AW -ДМСS размером 0,12-0,16 мм

Жидкая фаза 5% SE-30.

Ш. Приборы и посуда

Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-77

Фильтродержатели

Поглотительные приборы с пористой пластинкой

Ротационный испаритель ИР-1М, ТУ 25-11-917-76

Посуда стеклянная, ГОСТ 1770-74

Пипетки различной емкости, ГОСТ 20292-74

К методу ТСХ.

Хроматографическая камера, ГОСТ 10565-75

Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 10391-74

Камера для опрыскивания

Пластинки для хроматографии "Силуфол" (ЧССР), 150 х 150 мм

Камера с газообразным хлором (На дно эксикатора помещается

10-15 г $KMnO_4$ и немного соляной концентрированной кислоты. Эксикатор плотно закрывается притертой крышкой для накопления хлора).

К методу ГЖХ.

Газовый хроматограф с ТИД

Микрошприц МШ-10

Хроматографическая колонка, стеклянная, длиной 0,5-1 м и внутренним диаметром 3 мм.

IУ Условия отбора проб воздуха

Исследуемый воздух со скоростью 1 л/мин аспирируют через последовательно соединенные фильтродержатель с фильтром АФА-ВП-20 и поглотительный прибор с 5 мл этанола. Для определения 1/2 ОБУВ достаточно отобрать 4 л воздуха.

У. Условия анализа

Фильтр переносят в стакан и экстрагируют фильтр 10мл этанола в течение 15 мин. Раствор пробы с фильтра объединяют с содержимым поглотительного прибора и отгоняют растворитель на ротационном испарителе до объема 0,2-0,3 мл при анализе методом ТСХ и до объема 1 мл при анализе методом ГЖХ.

Условия анализа методом ТСХ.

Раствор пробы количественно наносят на хроматографическую пластинку. Рядом наносят стандартный раствор содержащий 1, 5, 10, 30 мкг препарата. Пластинку хроматографируют в системе гексан-ацетон (9:1) или бензол-этанол (5:1). После подъема фронта растворителя на высоту 10 см пластинку вынимают и высушивают на воздухе. Затем пластинку помещают в камеру с газообразным

хлором и выдерживают ее 30–40 сек, после чего выветривают на воздухе и обрабатывают проявляющим реактивом. Митак проявляется в виде синего пятна на белом фоне. Rf митака в системе гексан-ацетон (9:1) составляет 0,75 ± 0,03, в системе бензол-этанол (5:1) – 0,6 ± 0,04.

Количественное определение митака в анализируемой пробе проводится визуально по интенсивности окрашивания и площади пятен проб и стандартных растворов (измеряемой с помощью миллиметровой бумаги).

Условия анализа методом ГЖХ.

Хроматографическую колонку заполняют насадкой хроматоном N-AW -ДМСS с 5% SE-30. Колонку кондиционируют при температуре 230°С в течение 24 часов в токе азота 1 л/час при отсоединенном детекторе. Общую подготовку прибора проводят согласно инструкции.

Условия хроматографирования.

Длина колонки – 0,5 м

Диаметр колонки – 3 мм

Твердый носитель – Хроматон N-AW -ДМСS

Жидкая фаза – 5% SE-30

Температура колонки – 230°С

Расходы газов; азота – 40 мл/мин; водорода – 15 мл/мин; воздуха – 300 мл/мин.

Скорость диаграммной ленты – 240 мм/час

Рабочая шкала электрометра – $5 \cdot 10^{-11}$ а

Объем вводимой пробы – 4 мкл

Время удерживания – 7 мин 30 сек

Для количественного определения используют метод абсолютной калибровки со стандартным раствором митака. Серию стандартных растворов с содержанием I, 5, I0, 20, 40, 60, 80, I00 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора с содержанием I00 мкг/мл митака. 4 мкл каждого разведения вводят в испаритель хроматографа и по хроматограмме измеряют высоту пика митака. На основании полученных данных строят градуировочный график зависимости высоты пика от концентрации вещества в растворе.

4 мкл пробы вводят в хроматограф, измеряют высоту пика. Концентрацию митака в хроматографируемой пробе определяют по графику.

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

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

C– концентрация препарата в хроматографируемой пробе, найденная путем сравнения площади пятен со стандартными растворами (ТСХ) или по градуировочному графику (ГЖХ), мкг

V_1–общий объем пробы, мл

V – объем пробы, взятый для хроматографирования, мл

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

УI. Требования безопасности

Соблюдать общие правила по технике безопасности при работе с легко воспламеняющимися, летучими жидкостями, сжатыми газами.

УII. Разработчики

Н.И.Ахунова, А.Н.Агзамова, Узбекский НИИ санитарии, гигиены и профзаболеваний, г.Ташкент

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