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.

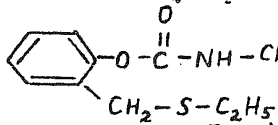
Методические указания согласованы и одобрены отделом перспективного планирования санэпидслужбы ИМПиТМ им. Марциновского Е.И. и лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

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.Заименко
" 24 " августа 1983 г
№ 2871-83

Методические указания
по хроматографическому измерению концентраций
кронетона в воздухе рабочей зоны



М.м. 225,3

О- [2-(этилтиометил)фенил] -N - метилкарбамат

Кронетон (этиофенкарб) - белое кристаллическое вещество с $T_{пл}$ 34,4°С. Растворимость в воде - 1,82 г/л, в метиленхлориде, пропаноле, толуоле - 600 г/л. Хорошо раствором в эфире и хлороформе. Вещество сравнительно устойчиво в кислой среде, но быстро разрушается в щелочной. Устойчив к воздействию высоких температур. Выпускается в формах 50%-ного концентрата эмульсии и 10%-ных гранул. Агрегатное состояние в воздухе - аэрозоль и пары.

I.ХАРАКТЕРИСТИКА МЕТОДА

I. Определение основано на хроматографировании кронетона в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зон локализации вещества путём его гидролиза 15%-ной щёлочью при t = 120°С в течение 10 минут и последующей обработкой пластинки 5%-ным спиртовым раствором фосфорно-молибденовой кислоты.

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

3.Предел измерения в анализируемом объёме пробы - 0,7 мкг

4.Предел измерения в воздухе - 0,023 мг/м^3 (при отборе 30л воздуха)

5.Диапазон измеряемых концентраций-0,023 - 0,67 мг/м^3

6.Определению не мешают другие карбаматы.

7.Граница суммарной погрешности измерения-$\pm$ 19,3%

8.Предельно допустимая концентрация кронетона в воздухе рабочей зоны - 0,05 мг/м^3

II.РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ, МАТЕРИАЛЫ

Ацетон, ч., ГОСТ 2603-79
н-Гексан, ч., ТУ 6-09-3375-78
Хлороформ, ч.д.а., ГОСТ 20015-74
Спирт этиловый, ректификат, ГОСТ 18300-72
Калий едкий, ч., ГОСТ 4203-65
Фосфорно-молибденовая кислота, х.ч., ТУ 6-09-3540-74
Соляная кислота, концентрированная, х.ч., ГОСТ 3118-77
Фильтры бумажные обеззоленные "синяя лента", ТУ 6-09-1678-77
Подвижная фаза : гексан-ацетон (3:2)
Проявляющий реактив:

5%-ный раствор фосфорно-молибденовой кислоты в этиловом спирте. Перед обработкой пластинок для повышения чувствительности на каждые 10 мл проявителя прибавляют 0,4 мл концентрированной соляной кислоты

Стандартный раствор кронетона, содержащий 100 мкг/мл действующего вещества готовят растворением 20 мг препарата в виде 50%-ной эмульсии в мерной колбе с притёртой пробкой в 100 мл эфира. Раствор хранят в холодильнике не более 2-х недель.

III.ПРИБОРЫ И ПОСУДА

Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-77
Фильтродержатели
Поглотители с впаянными стеклянными пористыми фильтрами ТУ 25-11108I-75. Размеры : высота 190 мм, $d_{внутр.}$=20мм, пористая пластинка № I
Испаритель ротационный ИР-1М, ТУ 28-11-917-74
Баня водяная, ТУ 46-22-608-75
Шкаф сушильный, ТУ 64-1-1411-76
Колбы грушевидные для отгонки растворителя, ГОСТ 18394-72
Бюксы стеклянные, ёмкостью 10 мл, ГОСТ 1770-74
Воронки конические,диаметром 6 см, ГОСТ 8613-75
Колбы мерные, цилиндры, ГОСТ 1770-74
Пипетки, ГОСТ 20292-74
Микропипетка, стеклянный капиляр
Хроматографическая камера, ГОСТ 10565-75

Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 10391-74
Пластинки для тонкослойной хроматографии "Силуфол" производства ЧССР размером 150х150 мм

IУ. УСЛОВИЯ ОТБОРА ПРОБ ВОЗДУХА

Для улавливания аэрозоля и паров кронетона исследуемый воздух со скоростью 1 л/мин аспирируют через последовательно соединённые аэрозольный фильтр и два жидкостных поглотителя, охлаждаемых льдом, каждый из которых заполнен 10 мл этилового спирта, подкисленного соляной кислотой (1:1) до pH=2[x/]. Для анализа отбирают 30л воздуха. Пробы анализируют сразу.

У. Условия анализа

Аэрозольный фильтр извлекают из фильтродержателя, помещают в бюкс, заливают 7 мл эфира, закрывают притёртой пробкой, встряхивают и оставляют на 30 мин. По истечении указанного времени, экстракт, содержащий растворённый кронетон, переносят в колбу для отгонки растворителя. Фильтр извлекают, отжимают на воронке стеклянной палочкой и промывают дважды 2-3 мл эфира. Объединённые экстракты упаривают на водяной бане при температуре не выше 40°С до объёма 0,1-0,2 мл.

Содержимое поглотителей переносят в колбу для отгонки растворителей и упаривают на водяной бане до объёма 0,1-0,2мл.

Концентрированные экстракты при помощи стеклянного капилляра количественно наносят на хроматографические пластинки. Справа и слева от пробы на расстоянии 2 см наносят стандартный раствор в количестве, отвечающем содержанию кронетона от 0,7 до 20 мкг. Пластинки помещают в хроматографическую камеру, в которую за 30 мин. до хроматографирования наливают подвижный растворитель гексан:ацетон (3:2). После поднятия фронта подвижного растворителя на 10 см пластинки вынимают и оставляют на воздухе 5-10 мин. для полного удаления растворителей. Затем пластинку обрабатывают 15%-ным спиртовым раствором едкого калия (5мл) и помещают в сушильный шкаф на 10 мин. при 120°С.

[x/] pH среды контролируют с помощью универсальной индикаторной бумаги

Через 10 мин. пластинку вынимают, охлаждают и обрабатывают 5%-ным спиртовым раствором фосфорно-молибденовой кислоты (5мл) с добавлением концентрированной соляной кислоты. Кронетон проявляется в виде сине-зелёных пятен на светло-жёлтом фоне. Окраска пятен устойчива в течение 2 часов. Величина $Rf = 0,55 \pm 0,03$. Нижний предел обнаружения 0,7 мкг в пробе.

Количественное определение проводят путём сравнения интенсивности окраски и измерения площади пятна пробы и того стандарта, площадь которого наиболее близка по величине к площади пятна пробы.

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

$$X = \frac{G \cdot S_{пр.}}{V_{20} \cdot S_{от}}$$, где:

G – количество кронетона, найденное в анализируемом объёме раствора, мкг;

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

$S_{пр}$ – площадь пятна на хроматограмме пробы, мм^2;

$S_{от}$ – площадь пятна на хроматограмме отандарта, мм^2.

VI. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Соблюдать все необходимые требования безопасности при работе в химических лабораториях. Выполнять меры предосторожности с кронетоном, как с высокотоксичным препаратом

VII. Разработчики

Хохолькова Галина Алексеевна,
Йедовских Наталья Григорьевна
Киевский НИИ гигиены труда и профзаболеваний.

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