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 :

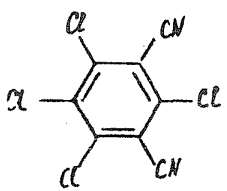
Л.Г. Александрова, Д.В. Гиренко, А.А.Калинина (секретарь), М.А. Клисенко (председатель), Г.И. Короткова, Г.А. Хохолькова (зам. председателя), В.Е. Кривенчук.

"Утверждаю"
Заместитель Главного Государственного санитарного врача СССР
А.И.Заиченко
"12" мая 1983г.
N 2779-83

Временные методические указания
по хроматографическому измерению концентраций
даконила в воздухе рабочей зоны.

Физико-химические свойства препарата.

Даконил (хлортолонил, термил, экзотермил, фортурф, Браво -75, деконил 2787)



$C_8Cl_4N_2$ М. м. 265,9

2,4,5,6 -Тетрахлоризофталонитрил - белое кристаллическое вещество без запаха, т. пл. 250-251°С, т. кип. 350°С при 760 мм рт. ст.

Давление паров 0,01 мм рт. ст. при 40°С.

Растворимость в воде при 25°С 0,6 мг/л, умеренно растворим в большинстве органических растворителей: ацетоне (2%), бутаноле, диметилсульфоксиде (2%), циклогексане (3%), диметилформамиде (3%), ксилоле (8%) и др.

Препарат термостабилен, устойчив к действию щелочей, водных растворов кислот, ультрафиолета.

Выпускается в виде 75%-ного с.п., 5-10%-ных гранул.

$ЛД_{50}$ для крыс 5000 мг/кг.

Используется для борьбы с болезнями картофеля и томатов, виноградной лозы, хмеля, перца, баклажан, для обработки хлопчатника и других культур.

I. Характеристика метода.

I. Определение основано на хроматографировании анализируемого соединения на неподвижной фазе SE-30 или смеси OV-17 и QF-I с использованием детектора постоянной скорости рекомбинации (ДПР), а также в тонком слое силикагеля (окиси алюминия) с последующим применением для обнаружения зон локализации препарата проявляющего реагента.

2. Отбор проб проводится с концентрированием (бумажный фильтр "синяя лента", фильтр аналитический АФА-ХА-20).

3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы: ГЖХ – 0,2 нг; ТСХ – 0,2 мкг.

4. Предел измерения в воздухе (при отборе 30 л воздуха): ГЖХ – 0,0I мкг/м^3 ; ТСХ – 0,0I мг/м^3.

5. Диапазон измеряемых концентраций: ГЖХ – 0,0I-0,I мкг/м^3; ТСХ – 0,0I-0,3 мг/м^3.

6. Определению не мешают изомеры ГХЦГ, гексахлорбензол, 2,4'-4,4'-ДДТ, ДДД, ДДЭ.

7. Граница суммарной погрешности измерения: ГЖХ – I0,25 %; ТСХ – I5,30 %.

II. Реактивы, растворы, материалы.

Даконил, 99,6 %.

Ацетон, ч. ГОСТ 2603-79.

Гексан, ч., ТУ 6-09-3375-78.

Натрий сернокислый безводный, ГОСТ 4I66-76.

Фильтры бумажные обеззоленные "синяя лента", ТУ 6-09-I678-77.

Фильтры аналитические АФА-ХА-20.

Стандартный раствор даконила в гексане (I00 мкг/мл). Рабочий стандартный раствор для ГЖХ с содержанием 0,0I мкг/мл готовят путем разведения основного. Хранят в холодильнике не более I мес.

К методу ТСХ.

Аммиак 25%-ный водный, ГОСТ 3760-79.

Нитрат серебра, ГОСТ I277-8I.

Пластинки стандартные хроматографические "Силуфол" и "Алюфол" (ЧССР).

Проявляющий реагент: к раствору 0,5 г азотнокислого серебра в 5 мл дистиллированной воды прибавляют 7-10 мл 25%-ного водного раствора аммиака; смесь разбавляют ацетоном до 100 мл, хранят в темном месте.

К методу ГЖХ.

Набивки для колонок:

SE-30 - 5% на хроматоне N-AW DMDS(0,16-0,20 мм);

1,5% OV-17 + 1,95% QF-1 на хроматоне N-AW HMDS (0,125 - 0,160 мм).

Азот газообразный особой чистоты.

III. Приборы и посуда.

Баня водяная, ТУ 64-1-2850-76.

Воронки химические диаметром 6 см, ГОСТ 8613-75.

Испаритель ротационный, МРТУ 42-2589-66.

Колбы конические емкостью 100 мл, ГОСТ 10394-72.

Колбы грушевидные, ГОСТ 10394-72.

Колбы мерные емкостью 100 мл, ГОСТ 1770-74.

Концентраторы (рис.1).

Пипетки мерные, ГОСТ 20292-74.

Фильтродержатели.

Цилиндры мерные на 50 мл, ГОСТ 1770-74.

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

К методу ТСХ.

Камера хроматографическая.

Пульверизаторы стеклянные.

К методу ГЖХ.

Хроматограф с детектором постоянной скорости рекомбинации или с детектором по захвату электронов (марки "Цвет" или др.)

Микрошприцы на 10 мкл.

Колонки стеклянные с внутренним диаметром 3 мм длиной 1 и 2 м.

IУ. Условия отбора проб воздуха.

Воздух со скоростью I л/мин в течение 30 мин. аспирируют через двойной бумажный фильтр "синяя лента" или фильтр АФА-ХА-20, закрепленный в фильтродержателе. Пробы хранят в холодильнике не более суток.

У. Условия анализа.

Измельченный бумажный фильтр помещают в коническую колбу и заливают 20 мл ацетона, экстрагируют в течение I часа. Растворитель декантируют, экстракцию повторяют, экстракты объединяют.

Объединенный экстракт, содержащий пестицид, фильтруют в колбу для отгонки растворителя (рис.I) через прокаленный сернокислый натрий, помещенный в воронку, содержащую подложку из обезжиренной ваты.

Ацетон отгоняют на ротационном испарителе под вакуумом до объема 0,2-0,3 мл; оставшийся растворитель удаляют в токе азота особой чистоты досуха; полученный "сухой" остаток немедленно (!) растворяют в 0,5 мл гексана и анализируют методом ГЖХ или ТСХ.

В случае использования для отбора проб воздуха фильтров АФА-ХА-20 для экстракции используют н-гексан. Растворитель декантируют, экстракцию повторяют. Объединенный экстракт фильтруют через натрий сернокислый безводный в концентратор. Растворитель упаривают на ротационном испарителе при 40°С, затем в токе азота особой чистоты до объема 0,5 мл и анализируют ГЖХ или ТСХ.

Определение методом ГЖХ.

Газохроматографическое определение даконила производят с детектором постоянной скорости рекомбинации на хроматографе марки "Цвет" в условиях, приведенных в таблице I.

Расчет концентрации препарата (мг/м^3) в воздухе производят по формуле

$$X = \frac{a \cdot V \cdot H_x}{H \cdot v \cdot 20}$$

где:

a – количество стандартного препарата, введенное в хроматограф, мкг;

H – высота пика стандартного раствора, мм;

H_x – высота пика препарата в исследуемой пробе, мм;

v – объем экстракта, введенный в хроматограф, мл;

V – конечный объем анализируемого экстракта, мл;

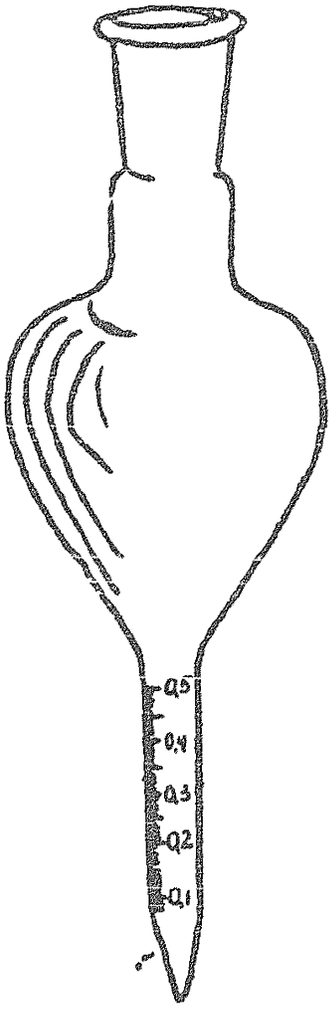


Рис.I. Колба для отгонки растворителя (концентратор).

Таблица I

Условия газохроматографического определения диконала.

Вариант	Характеристика хроматографической колонки: Неподв. фаза	Тверд. носит.	Длина (м)	Внутр. диам. (мм)	Скорость азота (мл/мин): через кол.	на продувку детект.	Температура (°С): колонки	детектора	испарителя	Скорость диаграммной ленты (мм/час)	Шкала чувствит. электрометра (а)	Объем вликвоты, взятой для ГЖХ (мкл)	Абсол. время удерживания (мин, сек)
I	5% SE-30	Хроматон N-AW AMCS (0,16-0,20мм)	I	3	60	I60	I90	230	230	240	$20 \cdot 10^{-12}$	5	Iмин. 46сек.
II	I,5% OV-I7+ I,95% QF-I	Хроматон N-AW HMDS (0,I25-0,I60мм)	2	3	40	I60	I95	230	230	240	$20 \cdot 10^{-12}$	5	6мин. I5сек.

V_{20}-объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к нормальным условиям.

Определение методом ТСХ.

Пробу, сконцентрированную до объема 0,1-0,2 мл, количественно (микропипеткой или микрошприцом) наносят на хроматографическую пластинку ("Силуфол" или "Алюфол"). Справа и слева от пробы наносят стандартные растворы даконила (0,1; 1 и 5 мкг препарата).

Развитие хроматограмм производят в смеси гексана с ацетоном в объемном соотношении 4:1. После поднятия фронта растворителя на 10 см, пластинку просушивают на воздухе до полного испарения растворителя.

Подготовленные таким образом хроматографические пластинки обрабатывают при помощи пульверизатора проявляющим реагентом и помещают на 7-10 мин. в ультрафиолет. Зоны локализации препарата проявляются в виде серо-черных пятен на белом фоне. Величина R_f даконила на пластинках "Силуфол" и "Алюфол" соответственно равна 0,45 и 0,49.

Количественное определение даконила в пробе производят путем сравнения интенсивности окраски и площади пятна пробы и стандартных растворов.

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

$$X = \frac{a \cdot V}{v \cdot V_{20}},$$ где:

a – количество препарата, найденное в хроматографируемой пробе, мкг;

V – общий объем пробы, мл;

v – объем пробы, взятый для хроматографирования, мл;

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

У.I. Требования безопасности.

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

УII. Разработчики.

Клюенко М.А., Демченко В.Ф., ВНИИГИНТОКС, г.Киев.

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