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

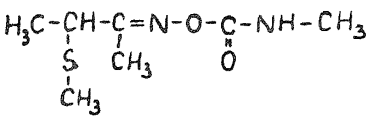
А.И.ЗАЙЧЕНКО

" 12 " мая 1983 г.

№ 2808-83

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по хроматографическому измерению концентраций бутокарбоксима в воздухе рабочей зоны



М.м. 190,1

Бутокарбоксим (синоним - дравин 755, действующее начало О- (N-метилкарбамоил)-2-метилтиолбутанон-3-оксим)- белое кристаллическое вещество, температура плавления 35-37°С. Растворимость в воде 3%, хорошо растворим в большинстве органических растворителей. Технический продукт- коричневая жидкость или кристаллы, температура плавления 22-28°С.

Агрегатное состояние в воздухе при применении- пары и аэрозоль.

I.Характеристика метода

I. Определение основано на хроматографировании бутокарбоксима в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зоны локализации препарата путем обработки раствором марганцевокислого калия или парами иода.

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

3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы-I мкг.

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

5. Диапазон измеряемых концентраций -0,25 -5,0 мг/м^3.

6. Определению не мешают: ГХЦГ,ДДТ,толуин,базудин,антио и рогор.

7. Граница суммарной погрешности измерения - ± 16,4%.

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

П. Реактивы,растворы и материалы

Бутокарбоксим, ГОСТ I8300-72
Хлороформ,чда, ГОСТ 20015-74
Гексан,ч, ТУ 6-09-3375-78
Ацетон,хч,ГОСТ 2603-79
Бензол,хч,ГОСТ 5955-75
Калий марганцовокислый,хч,ГОСТ 20490-75, 0,3% раствор
Иод кристаллический,чда,ГОСТ 4159-79
Натрий сернокислый, б/в, ГОСТ 4166-76
Фильтр беззольный "синяя лента", ТУ 6-09-1678-77
Подвижные фазы: I). гексан-бензол-ацетон (I0:I:3); 2).хлороформ-гексан-ацетон (5:4:I).

Стандартный раствор бутокарбоксима в хлороформе концентрации I00 мкг/мл. 0,0I г бутокарбоксима хч растворяют в хлороформе в мерной колбе на I00 мл и доводят растворителем до метки. Раствор устойчив I месяц при условии хранения в холодильнике.

Ш. Приборы и посуда

Аспирационное устройство, ТУ 64-I-862-77
Фильтродержатели
Поглотительные приборы с пористой пластинкой № I
Ротационный испаритель марки ИР-IМ, ТУ 25-II-917-76
Баня водяная, ТУ 64-I-2850-76
Пипетки, ГОСТ 20292-74, на I, 2, 5 и I0 мл

Колбы мерные, ГОСТ I770-74

Пластинки для хроматографии "Силуфол", размером I50 х I50 мм

Камера хроматографическая стеклянная, ГОСТ I0565-75

Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ I0391-74

Камера с парами иода. На дно эксикатора в чашку Петри помещают I-2 г кристаллов иода, смачивают водой. Длительность использования I месяц.

IУ. Условия отбора проб воздуха

Исследуемый воздух со скоростью I л/мин аспирируют через последовательно соединенный фильтр "синяя лента" и охлаждаемый поглотительный прибор с пористой пластинкой, заполненный 5 мл этанола. Для определения I/2 ОБУВ следует отобрать 4 л воздуха. Срок хранения проб 8 дней.

У. Условия анализа

Фильтр помещают в химический стаканчик и заливают I5 мл этанола, хорошо перемешивают стеклянной палочкой, фильтр отжимают и удаляют. Раствор пробы сливают в колбу ротационного испарителя, в которую сливают и этанол из поглотительного прибора. Растворитель отгоняют в вакууме при 30° С почти досуха. Сухой остаток растворяют в 0,3 мл хлороформа, омывая стенки колбы. Раствор пробы количественно наносят на хроматографическую пластинку так, чтобы диаметр пятна не превышал 0,5 см. Справа и слева от пробы наносят 0,0I ; 0,05 0,I ; 0,2 мл стандартного раствора бутокарбоксима, что соответствует содержанию I, 5, I0, 20 мкг препарата.

Пластинку помещают в камеру для хроматографирования, в которую за 20-30 мин до хроматографирования наливают подвижную фазу гексан-бензол-ацетон (I0:I:3). После того, как фронт растворителя поднимется на высоту I0 см, пластинку вынимают и оставляют на воздухе до полного испарения растворителей. Затем ее опрыскивают 0,3% раствором марганцовокислого калия и нагревают над

электрической плиткой в течение I–2 мин. На розовом фоне проявляется желтое пятно бутокарбоксима с R_f =0,3 ± 0,05.

В качестве альтернативы можно использовать следующие условия хроматографирования и проявления бутокарбоксима : подвижная фаза хлороформ–гексан–ацетон (5:4:I), R_f бутокарбоксима 0,67 ± 0,03 ; проявляющий реагент : I). пары иода (бутокарбоксим проявляется в виде желтых пятен на желтоватороэовом фоне); 2).в УФ– свете при 254 нм препарат проявляется в виде серых флуоресцирующих пятен на зеленом фоне.

Количественное определение бутокарбоксима проводят путем сравнения интенсивности окраски и измерения площади (с помощью промасленной миллиметровой бумаги) пятен пробы и того стандарта,площадь которого наиболее близка по величине и интенсивности окраски к пятну пробы.

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

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

C –количество препарата в анализируемом объеме пробы,мкг

V_1–общий объем пробы ,мл

V–объем пробы, взятый для анализа,мл

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

УI. Требования безопасности

Соблюдаются общие правила по технике безопасности,необходимые при работе с химическими реактивами и пестицидами .

УII. Разработчики.

Ахунова Н.Ш.,Чола В.Д.,Кур Д.А., Узбекский НИИ санитарии гигиены 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