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.

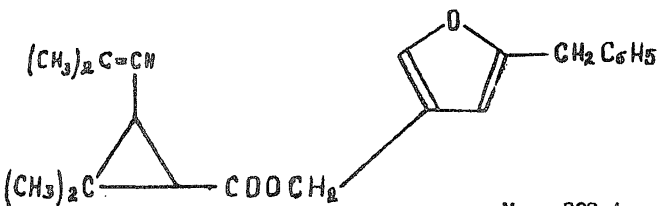
РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ :

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.
№ 2853-83

ВРЕМЕННЫЕ

Методические указания по хроматографическому измерению концентраций биоресметрина в воздухе рабочей зоны



М.м. 338,4

Биоресметрин (действующее начало - (+)-цис, транс-(2-Бензилфурфурил-4-метил)хризантемат) - воскоподобное вещество соломенно-желтого цвета, с резким запахом, Т.пл. 43-48°С (при 0,01 мм.рт.ст.), содержит 20-30% цис - и 80-70% транс - изомера. Практически нерастворим в воде, хорошо растворим в большинстве органических растворителей (в частности в ацетоне, хлороформе, бензоле, 10%-ном этаноле). Легко гидролизуется под действием щелочей и минеральных кислот. Выпускается в виде 10% э.к. и препарата для УМО. При применении может находиться в воздухе в виде паров и аэрозоля.

I. Характеристика метода

I. Определение основано на хроматографировании биоресметрина в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зоны локализации препарата путем обработки: а) раствором перманганата калия, б) смесью растворов сернокислой меди и роданистого калия, в) смесью раствора иодистого кадмия и паранитрофенола.

2. Отбор проб проводится с концентрированием (силикагель)

3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы - I мкг

4. Предел измерения в воздухе - 0,5 мг/м^3 (при отборе 2 л воздуха).

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

6. Определению не мешают: изомеры, ГХЦГ, толуин, базудин, рогор и фозалон.

7. Граница суммарно.. погрешности измерения-± I6,3%

8. Ориентировочно безопасный уровень воздействия биоресметрина в воздухе рабочей зоны - I мг/м^3 (рекомендуемый).

II. Реактивы, растворы, материалы

Биоресметрин, х.ч.

Ацетон, х.ч., ГОСТ 2603-79

Гексан, ч., ТУ 6-09-3375-78

Хлороформ, ч.д.а., ГОСТ 20015-74

Бензол, х.ч., ГОСТ 5955-75

Калия перманганат, ч.д.а., ГОСТ 20490-75

Медь сернокислая, х.ч., ГОСТ 4165-78

Калий роданистый, ч.д.а., ГОСТ 4139-75

Пара-нитрофенол, ч., ТУ 6-09-3973-75

Кадмий йодистый, ч.д.а., ГОСТ 8421-79

Силикагель марки АСМ

Вата обезжиренная

Подвижная фаза: I) гексан-бензол (I:I); 2) гексан-хлороформ-бензол (I:2:I).

Проявляющий реактив № I: 0,25% водный раствор перманганата калия. Устойчив в течение суток.

Проявляющий реактив № 2: смесь равных объемов 30% раствора сернокислой меди и I0% раствора роданистого калия. Устойчив I0 дней.

Проявляющий реактив № 3: растворить I г паранитрофенола в I00 мл 5% раствора иодистого кадмия. Устойчив 3 суток.

Стандартный раствор бюрэсметрина в ацетоне концентрации I00мкг/мл, готовят в мерной колбе на 25 мл. Раствор хранить в холодильнике, устойчив в течении I месяца.

Ш. Приборы и посуда

Аспирационное устройство, ТУ 64-I-862-77

Гофрированные трубки, стеклянные с рабочей длиной 55 мм

Ротационный испаритель ИР-I, 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

Капилляры стеклянные диаметром 0,2, 0,5, I мм

Хроматографические камеры, ГОСТ I0565-75

Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ I039[illegible]-74

Пластинки для хроматографии "Силуфол" (ЧССР), размером I50хI50мм

IУ. Условия отбора проб воздуха

Исследуемый воздух со скоростью I л/мин аспирируют через гофрированную трубку с силикагелем. Для определения I/2 ОБУВ достаточно отобрать 2 л воздуха.

У. Условия анализа

Гофрированные трубки с силикагелем промывают ацетоном (20-30мл) против потока поглощения, раствор упаривают на водяной бане до объема 0,2-0,3 мл и при помощи стеклянных капилляров количественно наносят на хроматографическую пластинку, так чтобы размер пятна не превышал 0,5 см (по диаметру). Параллельно с пробой справа и слева наносят стандартный раствор биоресметрина, содержащий 1,5 и 10 мкг препарата. Пластинку помещают в камеру для хроматографирования (в которую предварительно, за 30 мин была залита подвижная фаза) таким образом, чтобы край пластинки погружался в растворитель не более, чем на 0,5 см). Поосле поднятия фронта подвижной фазы на высоту 10 см, пластинку из камеры вынимают и оставляют на воздухе до полного испарения растворителей.

Усдрвия хроматографирования и проявления биоресметрина могут быть следующими:

1) подвижная фаза гексан-бензол (1:1), проявляющий реагент № 1 (раствор перманганата калия) - на розовом фоне проявляются желтые пятна биоресметрина с R_f = 0,35 ± 0,05.

2) подвижная фаза гексан-хлороформ-бензол (1:2:1):

а) проявляющий реагент № 2 (растворы сернокислой меди и роданистого калия), после обработки проявителем пластинку помещают в сушильный шкаф, нагретый до110°, на 5-8 мин. Биоресметрин проявляется в виде темно-коричневых пятен на фиолетовом фоне с R_f = 0,78 ± 0,01.

б) проявляющий реактив № 3 (раствор иодистого кадмия и паранитрофенола) - биоресметрин проявляется в виде темных пятен на бледно-фиолетовом фоне.

Количественное определение биоресметрина в анализируемой пробе проводится визуально по интенсивности окрашивания пятен на хроматограмме и по площади пятен стандартных растворов и проб (измеряемой при помощи миллиметровой бумаги).

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

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

$Ц$ – количество препарата, найденное в хроматографируемом объеме пробы, мкг

V_1 – общий объем пробы, мл

V – объем пробы, взятый для хроматографирования, мл

V_{20} – объем 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.

Чола В.Д., Пешкунов А.Б., Холматова М.Х.
Узбекский научно-исследовательский институт 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