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.

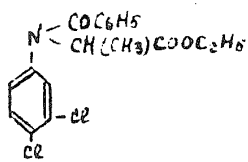
Методические указания согласованы и одобрены отделом перспективного планирования санэпидслужбы ИМПиТМ им. Марциновского Е.И. и лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

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.
№ 2872-83

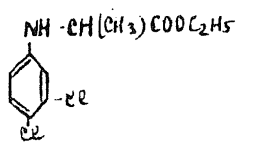
Методические указания
по хроматографическому измерению концентраций
бензоилпропетила и этилового эфира N-3,4-дихлорфенил-
аланина в воздухе рабочей зоны.



М.м. 366,3

Бензоилпропетил (синоним- кароход) действующее начало - N-бензоил-N-(3,4-дихлорфенил)аланин этиловый эфир, белое кристаллическое вещество с т. плавления 65-67°С; растворимость при 20°С в % масс.: в этиловом спирте - 6, метиловом спирте - 16, толуоле - 15, хлороформе - 40, ацетоне - 26.

При производстве в воздухе рабочей зоны может находиться в виде паров и аэрозоли.



М.м. 262,0

Этиловый эфир N-3,4-дихлорфенилаланина - белое кристаллическое вещество с т. плавления 36-38°С; при температуре выше 300°С разлагается. Растворяется в спиртах, толуоле, ксилоле. Является полупродуктом в производстве бензоилпропетила. В воздухе может находиться в виде паров и аэрозоли.

I. Характеристика метода.

I. Определение основано на хроматографическом разделении бензоилпропетила и этилового эфира N-3,4-дихлорфенилаланина в тонком

слое силикагеля с последующим обнаружением зон локализации веществ с помощью раствора марганцовокислого калия и реактива Драгендорфа.

2. Отбор проб проводится с концентрированием (фильтр "Синяя лента" и этиловый спирт).

3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы-5 мкг (для обоих веществ).

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

5. Диапазон измеряемых концентраций-I - 8 мг/м^3.

6. Определению не мешают все сопутствующие в производстве вещества.

7. Граница суммарной погрешности измерения для бензоилпропетила ±I5%, для этилового эфира N-3,4-дихлорфенилаланина ± I0%.

8. Предельно-допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны: бензоилпропетила - 5 мг/м^3, этилового эфира N-3,4-дихлорфенилаланина 4-5 мг/м^3 (ориентировочная, расчетная).

II. Реактивы, растворы, материалы.

Бензоилпропетил, 99,5%-ный
Этиловый эфир N-3,4-дихлорфенилаланина, 99,5%-ный
Гексан, ч, ТУ 6-09-3375-78
Ацетон, ч.д.а. ГОСТ 2603-79
Аммиак, ч.д.а., ГОСТ 3760-79, 25%-ный водный раствор
Эфир диэтиловый, х.ч, ГОСТ 6262-79
Спирт этиловый, ТУ 6-09-17-I0-77, 96%-ный
Калий марганцовокислый, х.ч., ГОСТ 20490-75
Висмут азотнокислый основной, ч., ГОСТ 4II0-75
Кислота серная, х.ч., ГОСТ 4204-77
Кислота уксусная ледяная, о.с.ч., ГОСТ I8270-72
Калий иодистый, х.ч., ГОСТ 4232-74
Кальций сернокислый, ТУ 32I0-77, ч.д.а.
Силикагель марки КСК
Фильтры бумажные "синяя лента", ТУ 6-09-I678-77
Подвижная фаза: гексан-ацетон-водный аммиак (I0:5:0,8)

Проявляющий реактив №I: 0,5 г марганцовокислого калия растворяют в 47,5 мл воды и добавляют 2,5 мл серной кислоты. Реактив должен быть свежеприготовленным.

Проявляющий реактив №2 (реактив Драгендорфа): к раствору 850мг основного азотнокислого висмута в 40 мл воды и I0 мл уксусной кислоты прибавляют раствор 8г калия иодистого в 20 мл воды. Этот раствор устойчив в течение I0 суток. Для проявления хроматограммы I мл

этого раствора разбавляют 2 мл уксусной кислоты и 10 мл воды. Реактив должен быть свежеприготовленным.

Стандартные растворы бензоилпропэтила и этилового эфира №-3,4-дихлорфенилаланина концентрации 1000 мкг/мл готовят растворением соответствующих навесок (в пересчете на действующее начало) в 10мл этилового спирта. Устойчивы в течение трех суток.

III. Приборы и посуда.

Аспирационное устройство
Фильтродержатели
Поглотительные приборы Рихтера, ТУ 25-21-1081-75
Испаритель ротационный ИР-1М, ТУ 25-11-917-74
Камера стеклянная хроматографическая, ГОСТ 10565-75
Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 10391-74
Микропипетка или стеклянный капилляр
Микрошприц емкостью 10 мкл
Колбы грушевидные для отгонки растворителя, ГОСТ 10394-72
Стаканы химические емкостью 50 мл, ТУ 25-11-944-74
Колбы мерные, цилиндры, мензурки, ГОСТ 1770-74
Пипетки различной емкости, ГОСТ 20292-74
Пробирки с притертыми пробками емкостью 5 мл, ГОСТ10515-75
Пластинки для хроматографии "Силуфол", 150х150 мм

Пластинки для хроматографии стеклянные, 90х120 мм. Стеклянную пластинку, промытую содой, хромовой смесью и дистиллированной водой сушат и протирают этиловым спиртом. Компоненты сорбционной массы обрабатывают следующим образом. Сернокислый кальций сушат при температуре 150°С в течение 6 ч и просеивают через сито 100 мкм. Хранят в банке с притертой пробкой. Силикагель размалывают на шаровой мельнице. Суспензию 250 г измельченного силикагеля в 2,5 л дистиллированной воды помещают в химический стакан (h = 20 см, d = 14 см) Тщательно перемешивают содержимое стакана и оставляют на 16 мин. После этого надосадочную жидкость переливают во второй стакан такого же размера и доливают воду до уровня 19 см. В этом стакане суспензию отстаивают 30 мин, надосадочную жидкость сливают в третий стакан и оставляют на 60 мин, затем переливают в четвертый стакан и отстаивают жидкость 120 мин. Надосадочную жидкость выливают, осадок высушивают при 130-140°С в течение суток. Стеклянные пластинки покрывают сорбционной массой. Для приготовления сорбционной массы на 8-9 пластинок смешивают 14 г силикагеля, 2 г сернокислого кальция, 60 мл дистиллированной воды и перемешивают до образования однород-

ной массы. 2-3 чайных ложки массы наливают на пластинку и, покачивая, распределяют равномерно по поверхности. Пластинки сушат 12 ч в сушильном шкафу при 100-110°С. Хранят пластинки в эксикаторе.

IУ. Условия отбора проб воздуха.

Воздух со скоростью 1 л/мин аспирируют через последовательно соединенные фильтродержатель с бумажным фильтром и поглотительный прибор, содержащий 15 мл этилового спирта. Для определения 1/2 ПДК отбирают не более 5 л воздуха. Пробы можно хранить в течение трех суток.

У. Условия анализа.

Бумажный фильтр извлекают из патрона (фильтродержателя) и помещают в химический стаканчик. Промывают бумажный фильтр тремя порциями этилового спирта по 5 мл, собирают смыв в отгонной колбе. Туда же сливают содержимое поглотительного прибора. Этиловый спирт отгоняют (ротационный испаритель, ток воздуха) досуха. Сухой остаток растворяют в 0,5 мл диэтилового эфира, тщательно обмывая стенки колбы. На стартовую линию хроматографической пластинки количественно наносят пробу, слева и справа от нее наносят смеси стандартных растворов бензоилпропетила и этилового эфира №-3,4-дихлорфенилаланина, содержащие по 5; 10; 20; 40 мкг каждого вещества. Размер пятна должен быть не более 1 см. Пластинку помещают в наклонном положении в хроматографическую камеру, в которую за 30 мин до хроматографирования был налит подвижный растворитель - гексан:ацетон: водный аммиак (10:5:0,8) в таком количестве, чтобы пластинка погружалась не более, чем на 0,5 см. Когда фронт растворителя поднимется на 10 см, пластинку вынимают из камеры и подсушивают на воздухе в вытяжном шкафу. Затем пластинку опрыскивают проявляющим реактивом №1, при этом обнаруживают желтые пятна этилового эфира №-3,4-дихлорфенилаланина (R_f 0,7). Для количественного определения измеряют площадь пятна пробы и соответствующего ему по размеру и интенсивности окраски пятна стандартной шкалы. Затем пластинку опрыскивают проявляющим реактивом №2. При этом проявляются коричневые пятна бензоилпропетила (R_f 0,6). Окраска пятен устойчива в течение нескольких минут. Для количественного определения также замеряют площадь соответствующего по размеру и интенсивности окраски пятна стандартной шкалы.

Концентрацию бензоилпропетила или №-3,4-дихлорфенилаланина этилового эфира в воздухе (X) в мг/м^3 вычисляют по формуле:

$$X = \frac{q_{ст} \cdot S_{кр}}{S_{ст} \cdot V_{20}}$$, где

$q_{ст}$ – количество вещества в пятне стандарта, мкг;
$S_{кр}$ – площадь пятна пробы, мм^2;
$S_{ст}$ – площадь пятна стандарта, мм^2;
V_{20} – объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

VI. Требования безопасности.

Соблюдать все необходимые требования техники безопасности при работе в химических лабораториях.

VII. Разработчики.

Пиленкова И.И., Сатьянова А.Д., Орипханов Н.Т.

Всесоюзный научно-исследовательский технологический институт гербицидов и регуляторов роста растений (ВНИТИГ), г.Уфа.

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