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.

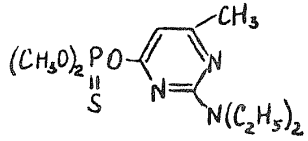
Методические указания согласованы и одобрены отделом перспективного планирования санэпидслужбы ИМПиТМ им. Марциновского Е.И. и лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

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.

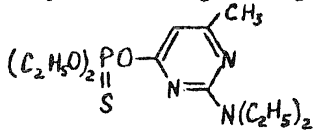
"УТВЕРЖДАЮ"
Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР
А.И.ЗАЙЧЕНКО
" 24 " августа 1985 г.
№ 2857-85

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ АКТЕЛЛИКА И ПИРИМИДА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



М. м. 305,4

Актеллик (пиримифос-метил) - действующее начало - 0,0-диметил-О-(2-диэтиламино-6-метилпиримидил-4)-тиофосфат)- жидкость соломенного цвета. Плохо растворим в воде, хорошо растворим в большинстве органических растворителей. Нестоек в кислой и щелочной средах. Давление пара - 1.10^{-4}мм рт.ст.(30°С). При применении может находиться в воздухе в виде паров и аэрозоля.



М. м. 333,4

Пиримид (фернекс) (Пиримифос-этил) - действующее начало - 0,0-диэтил-О-(2-диэтиламино-6-метилпиримидил-4)-тиофосфат)- бесцветная с желтым оттенком маслянистая жидкость, разлагается при 130°С. Растворимость в воде меньше 1 мг/л. Хорошо смешивается с большинством органических растворителей. Быстро разрушается при нагревании с растворами щелочей и минеральных кислот. Давление пара $2,9.10^{-4}$ мм рт.ст. (25°С). При применении может находиться в воздухе в виде паров и аэрозоля.

I. Характеристика метода

I. Определение основано на хроматографировании анализируемых соединений в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зон локализации препаратов путем обработки реактивом Драгендорфа.

2. Отбор проб проводится с концентрированием (бумажный фильтр "синяя лента", смесь ацетон-вода 7:3)

3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы-2 мкг.

4. Предел измерения в воздухе-0,2 мг/м^3 (при отборе 20 л воздуха).

5. Диапазон измеряемых концентраций-0,2-I0 мг/м^3.

6. Определению не мешают другие наполнители технического препарата.

7. Граница суммарной погрешности измерения: ±I6,4% (примицид), ±I4,6% (актеллик).

8. Предельно допустимая концентрация актеллика - 2 мг/м^3.

9. ОБУВ примицида-0,2 мг/м^3

II. Реактивы, растворы, материалы

Ацетон, ч., ГОСТ 2603-79
н-Гексан, ч., ТУ-6-09-3375-75
Диэтиловый эфир, х.ч., ГОСТ 6262-79
Сульфат натрия безводный, ч., ГОСТ 4I66-76
Нитрат висмута основной, ч., ГОСТ 4II0-75
Винная кислота, ч., ГОСТ 58I7-77
Иодид калия, хч., ГОСТ 4232-79
Сульфат кальция, чда., ГОСТ 32I0-77
Силикагель ДС 5/40 мк + I3% гипса (*Chemapol*, ЧССР)
Фильтры бумажные безводные "синяя лента" ТУ 6-09-I678-77
Подвижная фаза: гексан-ацетон (4:I)

Проявляющий реактив (раствор Драгендорфа). Готовят раствор А - I,7 г основного нитрата висмута растворяют в 30 мл дистиллированной воды и добавляют 20 г винной кислоты. Раствор Б - I6 г иодида калия растворяют в 40 мл дистиллированной воды. Растворы А и Б смешивают в равных объемах. При хранении в темном прохладном месте раствор стоек в течение года.

Рабочий раствор. Для обработки I пластинки отбирают I мл приготовленного основного раствора, прибавляют 2 г винной кислоты и

разбавляют 10 мл дистиллированной воды.

Стандартные растворы актеллика и примицида, содержащие 100 мкг/мл вещества, готовят растворением 10 мг препарата в мерной колбе с притертой пробкой в 100 мл ацетона. Хранят в холодильнике не более 2-х месяцев.

Ш. Приборы и посуда

Электроаспиратор для отбора проб воздуха, ТУ-64-1-862-77
Фильтродержатели
Склянка для промывания и очистки газов (склянка Дрекселя), ТУ 25-11-1062-75
Ротационный вакуумный испаритель для отгонки растворителей ИР -1 М, ТУ 25-11-917-74
Водяная баня, ТУ 64-1-425-72
Воронки делительные емк. 250 мл, ГОСТ 1770-74
Колбы конические емк. 100 мл, ГОСТ 10394-72
Колбы грушевидные, ГОСТ 10394-72
Воронки химические диаметром 6 см, ГОСТ 8613-75
Колбы мерные на 25 мл, ГОСТ 1770-74
Пипетки на 0,1 мл, 1 мл, ГОСТ 1770-74
Цилиндры мерные на 50 мл, ГОСТ 1770-74
Камера хроматографическая, ГОСТ 10565-75
Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 10591-74
Пластинки стеклянные 90 х 120 мм

Приготовление пластинок: 14 г силикагеля и 1 г гипса смешивают с 40 мл дистиллированной воды, тщательно перемешивают. Полученную однородную массу наносят на 6-7 пластинок размером 90 х 120 мм (пластинки предварительно обезжиривают).

IУ. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 1 л/мин последовательно аспирируют через помещенный в фильтродержатель бумажный фильтр "синяя лента" и для поглощения паров, через Дрексель, содержащий 100 мл смеси ацетон-вода (7:3). Для определения 1/2 ПДК следует отобрать не более 20 л воздуха. Длительность хранения пробы в холодильнике не более 2-х дней.

У. Условия анализа

Бумажный фильтр, содержащий аэрозоль, из фильтродержателя помещают в коническую колбу и заливают 20 мл ацетона. Экстрагируют пестицид из фильтра в течение I часа. Экстракцию повторяют дважды. Объединенный экстракт сушат б/в сульфатом натрия (5-7 г) и сливают в колбу для отгонки растворителя.

Смесь ацетон-вода из поглотителя переносят в делительную воронку, прибавляют 100 мл дистиллированной воды и реэкстрагируют препараты дважды по 20 мл хлороформа. Объединенный хлороформенный экстракт сушат безводным сульфатом натрия (5-7 г) и сливают в колбу для отгонки растворителей. Отгоняют растворитель под вакуумом до объема 0,2-0,3 мл при температуре бани не выше 40°С. Подготовленную пробу количественно наносят при помощи капиллярной пипетки на хроматографическую пластинку так, чтобы диаметр пятна не превышал I см. Центр пятна должен быть на расстоянии I,5 см от нижнего края пластинки. Колбу с экстрактом 2-3 раза смывают небольшими (I мл) порциями диэтилового эфира, который также наносят в центр первого пятна. Справа и слева от пробы наносят стандартные растворы пестицида, содержащие 2, 5 и I0 мкг препарата. Пластинку с нанесенными растворами помещают в хроматографическую камеру, в которую за 30 мин до хроматографирования налито 30 мл смеси гексан-ацетон (4:I). После поднятия фронта растворителя на I0 см пластинку вынимают и оставляют на несколько минут на воздухе для испарения подвижного растворителя. После этого пластинку обрабатывают из пульверизатора рабочим раствором реактива Драгендорфа. Препараты проявляются в виде пятен кирпично-красного цвета на желтом фоне. R_f актеллика = $0,44 \pm 0,05$, R_f примицида = $0,54 \pm 0,05$. Окраска устойчива в течение I0-I5 мин.

Количество препарата в пробе определяют сравнением интенсивности окраски и площади пятен пробы и стандартного раствора. Измерение площади проводится с помощью миллиметровой бумаги. Строится калибровочный график зависимости количества препарата в мкг от площади пятна. Прямолинейная зависимость между площадью пятна и содержанием препарата в пятне соблюдается в интервале I-I0 мкг.

Если содержание препарата в пробе превышает верхнюю границу диапазона (I0 мкг), то для нанесения на пластинку необходимо брать аликвотную часть экстракта (0,I-0,2 мл) параллельной пробы.

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

$$X = \frac{\varphi \cdot V_1}{V_2 \cdot V}$$, где:

φ – количество препарата, найденное в хроматографируемом объеме пробы, мкг;

V_1 – общий объем пробы, мл;

V – объем пробы, взятый для хроматографирования, мл;

V_2 – объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

УI. Требования безопасности

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

УII. Разработчики.

Гиренко Д.Б., Морару Л.Е., Клисенко М.А.
ВНИИПИНТОКС, 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