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.

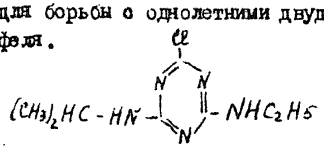
"Утверждаю"
Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР

А.И.Заиченко
" 24 " августа 1983 г.
№ 2865-83

Методические указания
по хроматографическому измерению концентраций
компонентов гербицидных смесей агелон и ситрин
в воздухе рабочей зоны.

Агелон предотвращает собой смесь атразина(33,3%) и прометрина (16,7%). Применяется для борьбы с однолетними злаковыми сорняками в посевах кукурузы и проса.

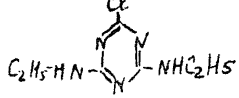
Ситрин – гербицидная смесь симазина (13,6%) и прометрина (36,4%) Применяется для борьбы с однолетними двудольными сорняками в посадках картофеля.



М.м 215,69

Атразин (действующее начало – 2-хлор-4-этиламино-6-изопропиламино-1,3,5-триазин) – белое кристаллическое вещество, т.пл.173-175°С. Хорошо растворим в диоксане, ацетоне. Растворимость (г) на 100 г растворителя: в пентане – 0,086; диэтиловом эфире – 1,2; метаноле – 1,8; хлороформе – 5,2. Растворимость в воде 33,0 мг/л.

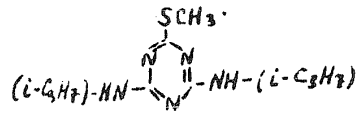
Агрегатное состояние в воздухе – аэрозоль.



М.м. 201,66

Симазин (действующее начало – 2-хлор-4,6-бис-(этиламино)-1,2,3-триазин) – белое кристаллическое вещество, т.пл.227-228°С.

Растворим в ацетоне, метаноле, хлороформе, диэтиловом эфире. Растворимость в воде 5 мг/л. Упругость пара при 20°С $6,1 \cdot 10^{-9}$ мм. рт.ст. Агрегатное состояние в воздухе-аэрозоль



М.м. 241,36

Прометрин (действующее начало – 2-метилтио-4,6-бис-(изопропиламино)-I,3,5-триазин) – белое кристаллическое вещество, т.пл. II8–I20°С. Растворим в ацетоне, гексане, гептане. Растворимость в воде 50 мг/л. Упругость пара при 20°С I.10^{-6}мм.рт.ст. Агрегатное состояние в воздухе – аэрозоль.

I. Характеристика метода.

I. Определение основано на хроматографическом разделении атразина, прометрина и симазина в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зон локализации веществ путем обработки смесью растворов бромфенолового синего и азотнокислого серебра, а затем раствором лимонной кислоты.

2. Отбор проб проводится с концентрированием (фильтр АФА-ХА).

3. Предел измерения в анализируемом объеме (0,02 мл) пробы– I мкг.

4. Предел измерения в воздухе рабочей зоны (при отборе I00 л воздуха)-0,5 мг/м^3, в атмосферном воздухе – 0,0I мг/м^3. (Метод может быть использован для определения исследуемых веществ в атмосферном воздухе на уровне I/2 ПДК. Для этого на пластинку следует нанести не аликвоту, а весь объем исследуемого раствора).

5. Диапазон измеряемых концентраций для каждого вещества – 0,5–2,5 мг/м^3.

6. Определению не мешают пропазин и другие сим.триазины.

7. Граница суммарной погрешности измерения ±I0%.

8. Предельно-допустимая концентрация:

а) в воздухе рабочей зоны: атразина – 2,0 мг/м^3, симазина – 2,0 мг/м^3, прометрина – 5,0 (ориентировочная);

б) в атмосферном воздухе: атразина и симазина 0,02 мг/м^3.

II. Реактивы, растворы, материалы.

Атразин (96%-ный)
Симазин (95%-ный)
Прометрин (98%-ный)
Гексан, "ч", ТУ 6-09-3375-78, перегнанный
Ацетон, "х.ч.", ГОСТ 2603-79, перегнанный
Серебро азотнокислое, "ч.д.а.", ГОСТ I277-75
Бромфеноловый синий, ч.д.а.", ТУ 6-09-I058-76

Кислота лимонная, "ч.", ГОСТ 2652-69, 4%-ный раствор (5 мл на одну пластинку)

Фильтры АФА-ХА-20

Подвижная фаза: гексан-ацетон (3:1)

Проявляющий реактив: смесь равных объемов бромфенолового синего (0,4%-ного водного раствора) и азотнокислого серебра (2%-ного водного раствора). Реактив готовится перед употреблением (10 мл на одну пластинку)

Стандартные растворы атразина, симазина и прометрина с концентрацией 1 мг/мл готовят растворением 0,01 г вещества в 10 мл ацетона. Растворы устойчивы в течение трех суток.

Ш. Приборы и посуда.

Аспирационное устройство

Фильтродержатели

Ротационный испаритель ИР-1М, ТУ 25-11-917-74

Колба грушевидная для отгонки растворителя, ГОСТ 10394-72

Стакан химический емкостью 100 мл, ГОСТ 10391-72

Колбы мерные, цилиндры, мензурки, ГОСТ 1770-74

Пипетки различной емкости, ГОСТ 20292-74

Пробирки градуированные со шлифом емкостью 5 мл, ГОСТ 10515-75

Камера хроматографическая стеклянная, ГОСТ 10565-75

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 10391-74

Микрошприц емкостью 10 мкл

Пластинки для тонкослойной хроматографии "Силуфол" размером 150х150 мм производства ЧССР

IУ. Условия отбора проб воздуха.

Воздух со скоростью 5-6 л/мин аспирируют через аэрозольный фильтр. Для определения 1/2 ПДК отбирают 100 л воздуха.

У. Условия анализа.

Аэрозольный фильтр извлекают из фильтродержателя, помещают в химический стакан и трижды экстрагируют 15 мл смеси гексана с ацетоном (1:1), выдерживая по 3-4 мин. Экстракты сливают в колбу для отгонки растворителя и отгоняют смесь растворителей сначала на ротационном испарителе до объема 0,2-0,3 мл, а затем досуха в токе воздуха. Остаток растворяют в 1 мл ацетона.

Для количественных расчетов готовят смеси атразина и прометрина (при определении агелона) или симазина и прометрина (при определении ситрина) с концентрацией каждого компонента 0,1; 0,2;

0,3; 0,4; 0,5 мг/мл (т.н. стандартная шкала). Для этого в градуированные пробирки вносят соответственно по 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5 мл стандартных растворов атразина и прометрина (при определении агелона) или симазина и прометрина (при определении ситрина) и доводят объем раствора до 1 мл ацетоном. На пластинке "Силуфол" на расстоянии 15 мм от нижнего края намечают линий старта. По 10 мкл раствора из каждой пробирки наносят в виде отдельного пятна на линию старта на расстоянии 15 мм друг от друга (место в середине стартовой линии оставляют для исследуемой пробы). Эти пятна соответствуют содержанию 1; 2; 3; 4; 5 мкг каждого компонента смеси. Размер пятен – не более 1 см.

На пластинку со стандартной шкалой наносят 5; 10; 20 мкл полученного раствора пробы. Пластинку помещают в хроматографическую камеру, в которую за 30 мин до хроматографирования наливают подвижную фазу – гексан:ацетон (3:1). Край пластинки должен быть погружен в растворитель не более, чем на 0,5 см. Элюируют пластинку на высоту 10 см, вынимают ее из камеры и подсушивают на воздухе. С помощью пульверизатора пластинку обрабатывают проявляющим реактивом – смесью растворов бромфенолового синего и азотнокислого серебра, а затем раствором лимонной кислоты (для обесцвечивания фона) Атразин и прометрин проявляются в виде голубых пятен на светлом фоне с R_f 0,38 и 0,44 соответственно; симазин – в виде голубых или розовых пятен на светлом фоне с R_f 0,33. Окраска пятен устойчива в течение 10–15 мин.

Количественное определение проводят путем сравнения интенсивности окраски (визуально) и размера (измеряя площади) пятен пробы и стандартной шкалы.

Концентрацию каждого из веществ в воздухе (X) в мг/м^3 вычисляют по формуле:

$$X = \frac{g \cdot S_{пр} \cdot V_1}{V_{20} \cdot S_{ст} \cdot V}$$, где:

g – количество вещества в стандарте, мкг;

$S_{пр}, S_{ст}$ – площади пятен пробы стандарта соответственно, мм^2;

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.

VI. Требования безопасности.

Меры предосторожности при работе с препаратами – как с малотоксичными пестицидами.

Соблюдать все необходимые требования безопасности при работе в химических лабораториях.

УII. Разработчики.

Пилюйкова Инна Иосифовна
Юркова Римма Григорьевна

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 буторакбоксима в почве, воде и растительном материале 260

Методические указания по определению ,1МК-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

Дополнения

Перечень материалов, необходимых для представления методик определения остаточных количеств пестицидов в Госкомиссию по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками при Минсельхозе СССР 338

Единые требования к методам определения содержания остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, кормах и объектах окружающей природной среды . . . 339

gost.e-ecolog.ru