ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ
ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ,
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

Часть 17-я

Данные методики апробированы и рекомендованы в качестве официальных Группой экспертов при Госкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками

Москва — 1988

gost.e-ecolog.ru

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ
ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ, БОЛЕЗНЯМИ
РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ
В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

Часть 17-я

Данные методики апробированы и рекомендованы в качестве официальных Группой экспертов при Госкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками

Москва - 1988г.

Настоящие методические указания предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и научно-исследовательских учреждений Минздрава СССР, а также ветеринарных, агрохимических, контрольно-токсикологических лабораторий Агропрома 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 Госагропрома СССР

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

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

Л.Г.Александрова, Д.Б.Гиренко, А.А.Калинина (зам.председатель), М.А.Клисенко (председатель), Г.И.Короткова, М.В.Письменная, Г.А.Хохолькова, В.Е.Кривенчук.

"УТВЕРЖДАЮ"

Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР

А.И.ЗАЙЧЕНКО

"21" ноября 1985 г.
№ 4018-85

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ РОМУЦИДА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

РОМУЦИД, синонимы- Н- 785, Н-786, Н-785/786.

Химически чистый препарат ромуцид представляет собой кристаллический продукт желтого цвета; температура плавления 73-74°С. Технический продукт, содержащий 97% ромуцида, имеет температуру плавления не ниже 63°С. Ромуцид хорошо растворим в этаноле, ацетоне, бензоле, ксилоле и других органических растворителях. В воде растворяется плохо. Под действием сильных кислот и щелочей гидролизуется. Устойчив в герметично закрытой посуде при 20°С и влажности 80% длительное время.

Выпускается в виде 20%-ного концентрата эмульсии.

Препарат малотоксичен, $ЛД_{50}$ 4400 мг/кг (перорально) для белых мышей.

I. Характеристика метода

I.Определение основано на хроматографировании препарата в тонком слое силикагеля и последующем обнаружении с помощью гидроксида натрия.

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

3.Предел измерения 5 мкг в пробе.

4.Предел измерения в воздухе 0,I мг/м^3 (при отборе 50 л).

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

6. Определению не мешают препараты коллоидной серы, применяемые как и ромуцид, против мучнистой росы.

7. Граница суммарной погрешности не превышает ±25%.

8. Предельно допустимая концентрация ромуцида (расчетная) – 2мг/м^3.

II. Реактивы, растворы, материалы

Ромуцид, ч.д.а., ТУ 88 УССР 192-030-83

Ромуцид, технический, ТУ 88 УССР 192-030-83

Ацетон, ч., ГОСТ 2603-79

н-Гексан, ч., ТУ -6-09-3375-79

Стандартный раствор ромуцида в ацетоне, 100 мкг/мл

Гидроксид натрия, чда, ГОСТ-4328-77

ЭТАнол, 96%-ный, ТУ 6-09-1710-77

Проявляющий реагент: 6%-ный раствор гидроксида натрия в этаноле

Хроматографические пластинки типа "Силуфол" UV-254, 15 х 15 см

Фильтры обеззоленные "синяя лента", ТУ-6-09-1678-77

III. Приборы и посуда

Весы аналитические, ВЛР-200г, ТУ-25-06-1131-75

Мерные колбы на 100 мл, ГОСТ 1770-74

Мерные цилиндры на 25 и 100 мл, ГОСТ-1770-74

Микрошприц на 10 мкл типа МШ-10, ТУ 2-833-106

Микропипетки, ГОСТ-20292-74

Камера хроматографическая, ГОСТ-10565-75

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

Компрессор мембранный

Аспирационное устройство, ТУ-64-1-862-77

Колбы грушевидные на 50 мл

Фильтродержатель

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ-10391-74

IУ. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 5 л/мин аспирируют через фильтр "синяя лента". Для определения I/2 ПДК достаточно отобрать 5 м воздуха (Фильтры предварительно промывают ацетоном и высушивают на воздухе при комнатной температуре). Отобранные пробы можно хранить в стеклянной или полиэтиленовой таре в прохладном месте в течение 2-х недель.

У. Условия анализа

Фильтры с пробой помещают в химический стакан емкостью 50-I00 мл, приливают I0-I5 мл ацетона, экстрагируют I0 мин. Экстракцию повторяют 3-4 раза.Экстракты сливают в грушевидную колбу и упаривают на ротационном испарителе досуха. К сухому остатку приливают I мл ацетона и упаривают растворитель током воздуха до 0,I-0,I5 мл, раствор количественно переносят на хроматографическую пластинку при помощи микрошприца или микропипетки. Параллельно на пластинку наносят стандартные растворы, содержащие 5, 7, I0 и т.д. мкг ромуцида. Пластинки помещают в хроматографическую камеру с подвижной фазой (Смесь гексана и ацетона (4:I) за 2 ч.до хроматографирования наливают в хроматографическую камеру для насыщения парами). После подъема подвижной фазы на I0 см от старта(линия нанесения пробы и стандартных растворов) пластинку извлекают из камеры , помещают в вытяжной шкаф для удаления следов растворителей.

Пластинку опрыскивают 6%-ным раствором гидрокоида натрия с помощью стеклянного пульверизатора. Зона локализации ромуцида проявляется в виде ярко-желтых пятен на бедом фоне. Ввиду того, что интенсивность окраски пятен уменьшается после испарения этанола, контуры пятен обводят иглой. Измеряют площадь пятен стандартных растворов и пробы.

При большом содержании ромуцида в пробе (более I мг/м^3) для хроматографирования берут аликвотную часть экстракта. Величина $Rf = 0,35 \pm 0,02$. Оценку содержания ромуцида в хроматографируемой пробе проводят путем сравнения размеров и интенсивности окраски пятен на хроматограммах пробы и стандартов. Для расчета по формуле выбирают пятно на хроматограмме стандарта, наиболее близкое по размерам пятну на хроматограмме пробы.

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

$$X = \frac{C_{ст} \cdot S_{пр} \cdot V_I}{S_{ст} \cdot V \cdot V_{20}},$$

где: $C_{ст}$ - количество ромуцида в стандартном растворе, мкг.

$S_{ст}$ - площадь пятна на хроматограмме стандарта, мм^2.

$S_{пр}$ - площадь пятна на хроматограмме пробы, мм^2.

V_I - общий объем пробы, мл.

V - хроматографируемый объем пробы, мл.

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

УI. Требования безопасности

Соблюдать все необходимые требования безопасности при работе в химических лабораториях, а также правила устройства, техники безопасности, производственной санитарии, противоэпидемического режима и личной гигиены при работе в лабораториях санитарно-эпидемиологических учреждений системы Минздрава СССР (№2455-81, 20.10.81 г.).

УП. Разработчики

Клисенко М.А. (ВНИИГИНТОКС, г.Киев), Мозговая Г.П., Несмиов Е.П., Петренко В.П. (Институт органической химии АН УССР, г.Киев).

ОГЛАВЛЕНИЕ

стр.

Фосфорорганические пестициды

I. Временные методические указания по определению актеллика и базудина в чае с помощью тонкослойной и газожидкостной хроматографии
22 мая 1985 г. №3888-85 3

2. Временные методические указания по определению актеллика в биологическом материале хроматографическими методами (дополнение к №2085-79)
2I ноября 1985 г. №4038-85 II

3. Методические указания по определению дифоса (абата) в продуктах растениеводства методом тонкослойной хроматографии (дополнение к №1350-75 от 22.09.75 г.)
22 мая 1985 г. №3886-85 I9

4. Методические указания по определению примицида в растительном материале и в почве с помощью тонкослойной и газожидкостной хроматографии
2I ноября 1985 г. №4028-85 24

5. Методические указания по определению сульфидофоса в мясе, молоке и кормах методом тонкослойной хроматографии
3 января 1985 г. №3198-85 33

6. Методические указания по определению остаточных количеств хлорофоса в картофеле хроматоэнзимным методом (дополнение к №3185-85 от 03.01.85 г.)
22.05.85 г. №3895-85 39

стр.

Хлорорганические пестициды

7. Временные методические указания по определению блазера в воде, почве, сое и зеленых листьях методом хроматографии в тонком слое
27 ноября 1984 г. №3156-84 43

8. Временные методические указания по определению дилора в меде методом тонкослойной хроматографии
22 мая 1985 г. №3884-85 51

9. Временные методические указания по хроматографическому определению ДД в воде
22 мая 1985 г. №3876-85 57

10. Временные методические указания по определению иодауна в воде и почве газожидкостной хроматографией
21 ноября 1985 г. №4030-85 60

11. Методические указания по определению тиодана и продуктов его превращения в воде хроматографическими методами
21 ноября 1985 г. №4035-85 64

12. Временные методические указания по определению триаллата методом газожидкостной хроматографии в воде, почве и зерне пшеницы
21 ноября 1985 г. №4032-85 73

13. Временные методические указания по определению методами ГЖХ и ТСХ аналога ювенильного гормона п-хлорфенилового эфира гераниола в зерне пшеницы, почве, воде и зеленых листьях
12 апреля 1985 г. №3254-85 81

стр.

I4. Временные методическиему указания по определению остаточных количеств фозилада в свекле методом газожидкостной хроматографии

22 мая I985 г. №3875-85 88

I5. Временные методические указания по определению регулятора роста растений ЭБФ-5 в воде, растительном материале методом ТСХ

2I ноября I985 г. №403I-85 93

I6. Методические указания по определению остаточных количеств хлорорганических пестицидов и продуктов их разложения (α-изомера ГХЦГ, γ-изомера ГХЦГ, гептахлора, альдрина, кельтана, ДДЭ, ДДД, ДДТ) в воде хроматографическими методами при совместном присутствии I июля I986 г. №4I20-86 99

Азотсодержащие пестициды

I7. Временные методические указания по определению ацетала в воде, почве, картофеле, зерне и зеленой массе кукурузы и сои методами ГЖХ и ТСХ

2I ноября I985 г. №4029-85 II3

I8. Методические указания по определению дифенамида в воде в воде методом тонкослойной хроматографии

2I ноября I985 г. №4033-85 I23

I9. Методические указания по определению карахола и его метаболита бензоилпропкислоты в почве методом газожидкостной хроматографии

3I июля I984 г. №3072-84 I27

стр.

20. Временные методические указания по определению лентаграна в растительной продукции, почве и воде ТСХ
12.04.85 г. №3253-85 136

21. Методические указания по определению монурона и диурона в чае методом газожидкостной хроматографии 3 января 1985 г. №3187-85 142

22. Временные методические указания по определению набу в воде, почве, капусте, сое и зеленых листьях методом хроматографии в тонком слое 22 мая 1985 г. №3880-85 148

23. Временные методические указания по определению раундапа в воде методом ТСХ (дополнение к №2434-81)
21 ноября 1985 г. №4034-85 156

24. Временные методические указания по определению соналена в воде, почве и зеленой массе сои хроматографическими методами
3 января 1985 г. №3200-85 162

25. Временные методические указания по определению соналена в маслах подсолнечника, репса и клещевины ТСХ 22 мая 1985 г. №3894-85 167

26. Временные методические указания по определению стомпа методом ТСХ в табаке
12 апреля 1985 г. №3252-85 171

27. Методические указания по определению тилта в растениях, почве, воде методом газожидкост-

ной хроматографии
3 января 1985 г. № 3190-85 179

28. Методические указания по определению триадимефона (байлетона) методом ТСХ в воде
22 мая 1985 г. № 3892-85 184

29. Методические указания по определению фенмедифама и десмедифама в воде природных водоемов ТСХ
21 ноября 1985 г. № 4036-85 189

Прочие пестициды

30. Временные методические указания по определению остаточных количеств арилона по бензолсульфонамиду в зернах хлопка, почве и воде тонкослойной хроматографией
21 ноября 1985г. № 4037-85 196

31. Методические указания по определению гидразида малеиновой кислоты в табаке колориметрическим методом
12 апреля 1985г. №3251-85 204

32. Методические указания по определению диметилсульфоксида и его метаболита диметилсульфона методом газожидкостной хроматографии в сахарной свекле, картофеле и зеленой массе
28 мая 1986 г. № 4119-86 211

33. Временные методические указания по определению остаточных количеств препарата 320-К в зерне и воде тонкослойной хроматографией
22 мая 1985 г. № 3890-85 217

34. Временные методические указания по определению ДРХ-4189 (ГЛИН) в воде, почве, растительном материале методом газожидкостной хроматографии
22 мая 1985г. № 3885-85 225

стр.

Методические указания по определению пестицидов в воздухе

35. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций ацетала и его продукта II-хлорметил-2-метил-6-этилхлорацетанилида в воздухе рабочей зоны 21 ноября 1985 г. №4027-85 230

36. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций препаративной формы АМГ-80А-84 в воздухе рабочей зоны 21 ноября 1985 г. №4025-85 235

37. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций смеси геранилгексаноата и геранилоктаноата в воздухе рабочей зоны 21 ноября 1985 г. №4024-85 239

38. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентрации геранилизовалерата в воздухе рабочей зоны 21 ноября 1985 г. №4026-85 243

39. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 2,4-Д в воздухе рабочей зоны I июля 1986 г. №4122-86 247

40. Временные методические указания по определению дактала в воздухе рабочей зоны газохроматографическим методом 22 мая 1985 г. №3882-85 254

41. Методические указания по хроматографическому измерению концентрации диметилсульфата в воздухе рабочей зоны 21 ноября 1985 г. №4021-85 260

стр.

42. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций дозанекса, 3-хлор-4-метоксианилида, 3-хлор-4-метоксинитробензола в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4017-85 266

43. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций ивина в воздухе рабочей зоны
I июля 1986 г. №4127-86 275

44. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций ленацила в воздухе рабочей зоны
I июля 1986 г. №4125-86 279

45. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций линурона в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4020-85 284

46. Временные методические указания по хроматографическому и газохроматографическому измерению концентраций лонтрела в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4016-85 288

47. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций метоксихлора, анизола и хлорала в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4022-85 298

48. Временные методические указания по фотометрическому и хроматографическому измерению концентраций инкала в воздухе рабочей зоны
22 мая 1985 г. №3881-85 307

стр.

49. Временные методические указания по измерению концентрации в воздухе рабочей зоны хроматографическими методами
22 мая 1985 г. №3887-85 315

50. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации пентахлорнитробензола в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4041-85 322

51. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентрации ресина в воздухе рабочей зоны
1 июля 1986 г. №4126-86 327

52. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентрации ромунида в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4018-85 331

53. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций триадимефона (байлетона) в воздухе рабочей зоны
22 мая 1985 г. №3893-85 335

54. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций хостаквика в воздухе рабочей зоны 1 июля 1986 г. №4124-86 340

55. Методические указания по хроматографическому измерению концентрации фозалона и полупродуктов его производства бензоксазолона и 3-оксиметил-6-хлорбензоксазолона в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4019-85 345

Стр.

56. Временные методические указания по фотометрическому измерению концентрации препарата **ЭБФ-5** в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. № 4023-85 350

57. Методические указания по определению **лепидоцида** на обработанных им растениях иммунофлюоресцентным методом
22 мая 1985 г. № 3891—85 355

Л-39603 от 12.02.88. Зак. 1327. Тир. 2000 экз. Объем 23 п. л.
[illegible]×84/16 Ротапринт

gost.e-ecolog.ru

Москва. Типография ВАСХНИЛ