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"

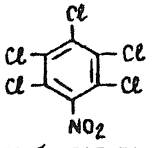
Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР

А.И.ЗАЙЧЕНКО

" 21 " ноября 1985 г.

№ 4041-85

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ ПЕНТАХЛОРНИТРОБЕНЗОЛА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



М.м. 295,4

Пентахлорнитробензол, товарные названия - квинтоцен, ПХНБ, террахлор, тритизан, фолосан. Порошок от белого до темно-коричневого цвета с характерным затхлым запахом, температура плавления I44-I45°С. Давление паров I33.I0^{-4} мм рт.ст. при 20°С. Хорошо растворим в ацетоне, бензоле, гексане, толуоле и других органических растворителях, практически не растворим в воде.

Выпускается в виде 50%-ного смачивающегося порошка, 25% с.п., 96%ного технического препарата. Применяется в качестве фунгицида. В воздухе может находиться в виде аэрозоля и паров.

I.Характеристика метода

I. Определение основано на использовании газо-жидкостной хроматографии на приборе с детектором по захвату электронов (ЗЗД, ДПР).
2. Отбор проб проводится с концентрированием (фильтр АФА-ХА-20 и пенополиуретановая пробка).
3. Предел измерения 0,0005 мкг в анализируемом объеме (≤ 2 мкл).
4. Предел измерения в воздухе 0,25 мг/м^3 (при отборе 20 л).
5. Диапазон измеряемых концентраций 0,25-5,00 мг/м^3.
6. Определению не мешают хлорорганические пестициды, в т.ч. изомеры ГХЦГ, 4,4'-ДДТ и его метаболиты, гептахлор, нитрохлор, а также нитро- и хлорбензолы - полупродукты синтеза пентахлорнитробензола.
7. Граница суммарной погрешности измерения ± 5,6%.
8. ПДК пентахлорнитробензола в воздухе 0,5 мг/м^3.

II. Реактивы, растворы и материалы

ПХНБ, эталон, гарантированной степени чистоты (не менее 90%).

Гексан, хч, ТУ 6-09-3375-78, свежеперегнанный, хроматографической чистоты.

Твердый носитель Хроматон N-супер (0,I6-0,20 мм).

Жидкая фаза метилсиликон SE-30.

Азот особой чистоты в баллонах с редуктором, ГОСТ 9293-74.

Стандартные растворы ПХНБ в гексане с содержанием I00 мкг/мл (раствор I), I0 мкг/мл (раствор 2) и I мкг/мл(раствор 3). Стандартный раствор I готовят растворением I0 мг ПХНБ в гексане в мерной колбе на I00 мл, если препарат предоставляет аналитический стандарт I00 %. (Если раствор готовят из 90% препарата, то для получения раствора с содержанием I00 мкг/мл, следует навеску II,III2 г растворить в I00 мл раствора). Для приготовления стандартных растворов 2 и 3 из раствора I в мерные колбы на I00 мл пипеткой отбирают I0 мл и I мл и доводят до метки гексаном. Стандартные растворы I,2,3 стабильны при хранении в холодильнике в течение 3 месяцев в условиях исключения испарения растворителя.

III. Приборы и посуда

Хроматограф"Цвет I06" или аналогичный прибор с ЭЗД

Хроматографическая колонка стеклянная длиной I80 см, внутренним диаметром 3,5 мм.

Аспирационное устройство, ТУ 64-I-862-77

Фильтры АФА-ХА-20.

Пенополиуретановые пробочки диаметром I см, высотой 2 см, промытые несколько раз ацетоном, затем гексаном и высушенные на воздухе. Хранить в склянке с притертой пробкой.

Фильтродержатели.

Мерные колбы, ГОСТ I770-74, на I00 мл.

Пипетки, ГОСТ 20292-74, на I0 и I мл с делениями.

Пробирки градуированные, ГОСТ I05I5-75, на 20 мл с пробками на шлифах.

Стеклянные бюксы, ГОСТ 7I48-70, на 25 мл.

Микрошприц МШ-I на I0 мл, ТУ 2-833-I06.

Пенополиуретановые полоски (поролон), ГОСТ I0I74-72.

IУ. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 5 л/мин аспирируют через фильтр АФА-ХА-20,

помещенный в фильтродержатель и пенополиуретановую пробочку, находящуюся в ножке фильтродержателя. Для определения 1/2 ПДК ПХНБ достаточно отобрать 20 л воздуха. Пробы, отобранные на фильтр и пенополиуретановую пробочку можно хранить в закрытых бюксах при комнатной температуре в течение 5 дней.

У. Условия анализа

Для газохроматографического анализа используют готовый товарный носитель хроматон N-супер с 3% SE-30. Хроматографическую колонку заполняют насадкой с подсоединением слабого вакуума. Достаточная плотность набивки обеспечивается равномерной загрузкой и непрерывным постукиванием по колонке. Колонку кондиционируют при скорости азота 70 мл/мин в режиме программирования температуры от 50 до 270°С со скоростью нагрева 2°С/мин, а затем в изотермическом режиме при 270°С в течение 6-8 ч без подсоединения колонки к детектору.

Фильтр и пенополиуретановую пробочку из патрона переносят с помощью пинцета в бюкс. Содержимое бюкса заливают 5-7 мл гексана, дают постоять несколько минут, а затем с помощью стеклянной палочки многократно отжимают фильтр и пробочку в растворителе, после чего гексан переносят в градуированную пробирку на 20 мл. Последние капли растворителя отжимают с помощью стеклянной палочки. Фильтр и пробочку еще три раза промывают гексаном, порциями по 4-5 мл, и каждую порцию полученного раствора переносят в градуированную пробирку. Доводят общий объем раствора до 20 мл гексаном. Пробирку закрывают пришлифованной пробкой, и ее содержимое тщательно перемешивают. В прибор вводят 2 мкл раствора.

Общую подготовку прибора к работе проводят согласно инструкции. Ввод проб осуществляют микрошприцом через самоуплотняющуюся мембрану испарителя хроматографа. Скорость ввода и объем вводимых проб должны быть постоянными.

Условия хроматографирования	
Длина колонки	180 см
Внутренний диаметр колонки	3,5 мм
Насадка колонки	хроматон N-супер с 3% SE-30
Температура колонки	200°С
Температура испарителя	200°С
Температура детектора	250°С

Скорость потока газа-носителя азота:	
в колонке	70 мл/мин
для продувки детектора	150 мл/мин
Скорость протяжки диаграммной ленты	0,4 см/мин
Объем вводимой пробы	2 мкл
Абсолютное время удерживания	4,07 мин
Линейный диапазон	0,0005-0,01 мкг(0,5-10нг)

Количественное определение ПХНБ проводят методом абсолютной калибровки по измерению высоты пиков. Градуировочный график строят по шкале стандартов, согласно таблице.

Таблица

Шкала стандартов

Номер стандарта	1	2	3	4	5	6
Стандартный раствор ПХНБ из р-ра 3 с концентрацией 1 мкг/мл, мл	2,5	5	10			
Стандартный раствор ПХНБ из р-ра 2 с концентрацией 10 мкг/мл, мл				2,5	4	5
Добавлено гексана, мл. . .	7,5	5	0	7,5	6	5
Содержание ПХНБ в полученном растворе, мкг/мл	0,25	0,5	1	2,5	4	5
Содержание ПХНБ в 2 мкл хроматографируемой пробы, нг	0,5	1	2	5	8	10

Для построения градуировочного графика в хроматограф вводят по 2 мкл полученных растворов, в 3-х повторностях каждого, после чего строят график зависимости высоты пика (мм) от концентрации (нг).

Концентрацию ПХНБ в мг/м^3 воздуха (X) вычисляют по формуле:

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

G - количество ПХНБ, найденное по градуировочному графику в анализируемой объеме пробы, мкг;

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, от 20.10.81 г.).

УП. Разработчики

Лещинская Д.И., Новикова К.Ф., Аддошина Т.В.(ВНИИ химических средств защиты растений с опытным заводом, г.Москва).

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