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

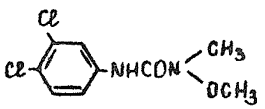
Л.Г.Александрова, Д.Б.Гиренко, А.А.Калинина (зам.председатель), М.А.Клисенко (председатель), Г.И.Короткова, М.В.Письменная, Г.А.Хохолькова, В.Е.Кривенчук.

"УТВЕРЖДАЮ"

Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР
А.И.ЗАЙЧЕНКО
" 21 " ноября 1985 г.
№ 4020-85

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ЛИНУРОНА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



М.м.249,1

Линурон, синоним- афалон (действующее начало N-Метил- N-метокси- N'-/3,4-дихлорофенил/мочевина). В чистом виде кристаллы белого цвета, температура плавления 93-94°С. Растворимость в воде 75 мг/л при 25°С. Хорошо растворим в ацетоне, хлоруглеводородах жирного и ароматического ряда, плохо- в алифатических углеводородах. Давление пара $1,5 \cdot 10^{-5}$ мм рт.ст. при 24°С.

Применяется в качестве гербицида для борьбы с сорняками в посевах пшеницы, картофеля, сои.

В воздухе может находиться только в виде аэрозоля.

I.Характеристика метода

I.Определение основано на хроматографировании линурона в тонком слое силикагеля (пластинки "Силуфол") и последующем обнаружении продукта его термического разрушения (3,4-дихлоранилина) по реакции азосочетания.

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

3.Предел измерения I мкг в анализируемом объеме.

4.Предел измерения в воздухе 0,5 мг/м^3 (при отборе 100 л).

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

6.Определению не мешают полупродукты синтеза линурона и растворители, в т.ч. 3,4-дихлорфенилизоцианат, диметилсульфат, хлористый метилен.

7.Граница суммарной погрешности измерений $\pm$ 15,5%.

8.ПДК линурона в воздухе рабочей зоны 1 мг/м^3.

П.Реактивы, растворы, материалы

Линурон, хч

Ацетон, чда, ГОСТ 2603-79

Аммиак конц., ГОСТ 3760-79

Спирт этиловый, 96°-ный, ТУ 6-09-1710-77

Соляная кислота, конц. чда, ГОСТ 3118-77

Хлороформ, хч, ГОСТ 20015-74

Гидроксид калия, хч,

1-Нафтол, ГОСТ 5839-79

Натрий азотистокислый, хч, ГОСТ 4197-74

Пластинки "Силуфол", размер 15 х 15 см. Перед использованием активируют нагреванием в сушильном шкафу при 160°С в течение 30 мин

Проявляющий реагент. Раствор №1. К 46 мл воды приливают 4 мл конц. соляной кислоты и после перемешивания раствора вносят 1 г азотистокислого натрия. Раствор применяют свежеприготовленным. Раствор №2. В 50 мл воды растворяют 2,8 г гидроксида калия, затем 0,1 г 1-нафтола. Раствор применяют свежеприготовленным.

Фильтры АФА-ВП-10

Стандартный раствор линурона в этиловом спирте с содержанием 100 мкг/мл (раствор № 1) готовят растворением навески пестицида 0,01 г в 100 мл раствора. Для приготовления стандартного раствора (№2) с содержанием 1 мкг/мл в мерную колбу на 100 мл переносят пипеткой 1 мл раствора № 1 и доводят до метки этиловым спиртом. Стандартные растворы стабильны в течение 3-х месяцев при хранении в холодильнике.

Ш.Приборы и посуда

Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-77

Фильтродержатель

Камера хроматографическая, ГОСТ 10565-75

Мерные колбы на 50 и 100 мл, ГОСТ 1770-74

Пипетки на 1 и 5 мл, ГОСТ 1770-74

Химические стаканы на 50 мл, ГОСТ 10394-72

Пробирки с оттянутым концом на 5 и 10 мл, ГОСТ 10515-75
Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 10391-74
Сушильный шкаф, ТУ 64-1-1411-76

IУ. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 10 л/мин аспирируют через фильтр АФА-ВП-10, помещенный в фильтродержатель. Для определения 1/2 ПДК достаточно отобрать 100 л воздуха.

Пробы, отобранные на фильтр, должны быть проанализированы в течение 3/х суток.

У. Условия анализа

Фильтр переносят в химический стакан емкостью 50 мл и заливают 10-15 мл этилового спирта. Фильтр несколько раз отжимают стеклянной палочкой в растворителе, а затем растворитель переносят в мерную колбу емкостью 50 мл, отжимая фильтр стеклянной палочкой. Фильтр промывают этиловым спиртом еще 2 раза порциями по 10-15 мл. Спиртовые экстракты объединяют в мерной колбе и доводят до метки этиловым спиртом.

Аликвотную часть раствора (1 мл) м помощью пипетки переносят в пробирку с оттянутым концом. В пробирку помещают заплавленный в верхней части капилляр и концентрируют раствор на горячей водяной бане до объема 0,05 мл. Остаток с помощью того же капилляра, но с отломанным заплавленным концом переносят на хроматографическую пластинку. Параллельно на эту же пластинку с помощью стеклянного капилляра наносят серию стандартных растворов линурона, содержащих 1, 2, 3, 4 и 5 мкг./Для приготовления серии стандартных растворов в пробирки с оттянутым концом вносят 1, 2, 3, 4 и 5 мл стандартного раствора № 2, помещают заплавленные в верхней части капилляры и концентрируют раствор на горячей водяной бане до объема примерно 0,05 мл/ Хроматографическую пластинку помещают в хроматографическую камеру, куда за 30 мин до начала хроматографирования наливают подвижную фазу-смесь хлороформ-этиловый спирт (50:2). После того, как фронт растворителя поднимется на 10 см, пластинку извлекают из камеры, высушивают на воздухе, а затем помещают в сушильный шкаф при 160°С на 15 мин. Затем последовательно опрыскивают растворои № 1 и № 2. Линурон на пластинках проявляется в виде розовых пятен на белом фоне с R_f =0,67± 0,03. Линейность детектирования от 1 до 5 мкг.

Хроматограммы стабильны в течение длительного времени.

Количеотвенное определение проводят путем сравнения площади и интенсивности окраски пятен на хроматограммах проб и стандартных растворов. Площадь пятен измеряют планиметром или с помощью прозрачной бумаги, которую затем накладывают на миллиметровую бумагу и высчитывают площадь обведенного пятна. Строят график зависимости площади пятен от концентрации линурона. По градуировочному графику находят содержание пестицида в хроматографируемой пробе.

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

$$X = \frac{G \cdot V_I}{V \cdot V_{20}},$$

где: G -количество вещества, найденное в анализируемой пробе по градуировочному графику, 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 (№2455-8I, 20.I0.8I г.).

УП. Разработчики

Зинисман Л.И., Новикова К.Ф. (Всесоюзный НИИ химических средств защиты растений, 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