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 врача СССР
_____ А.И.Заиченко
"01" июля 1986 г.
№ 4125-86

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

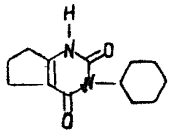
ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ЛЕНАЦИЛА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Характеристика анализируемого пестицида

Название по номенклатуре СЭВ, ИСО, ГС: ленацил

Химическое название д.в.: 3-циклогексил-5,6-триметиленурацил.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_{13}H_{18}N_2O_2$

Молекулярная масса: 234,3

Синонимы: вензар, вензар Н-634, гербицид 634, урацил 634, ГМ, гексилур.

Физические и химические свойства: кристаллическое вещество белого цвета, т.плавления 311-312°С. Практически нерастворим в воде. Растворим в хлороформе, этаноле, пиридине, диметилформамиде. Малолетуч.

Малотоксичен. Оральная токсичность $ЛД_{50}$ = 10000 мг/кг (для крыс).

ПДК в воде водоемов 0,2 мг/л, МДУ в столовой свекле 0,5 мг/кг.

ПДК в воздухе рабочей зоны 0,5 мг/м³.

Применяется в качестве гербицида на плантациях сахарной свеклы.

Агрегатное состояние в воздухе - аэрозоль.

I.Характеристика метода

1. Метод основан на газохроматографическом определении ленацила с использованием пламенно-ионизационного детектора на неподвижной фазе Е-301 после выделения из воздушных проб адсорбцией на бумажный фильтр.

2. Метрологическая характеристика метода

Диапазон определяемых концентраций от 0,125 до 2,5 мг/м^3.

Предел обнаружения 0,05 мкг

Предел обнаружения 0,125 мг/м^3

Среднее значение определения стандартных количеств в пробе 90,3%.

Число параллельных определений 9

Стандартное отклонение, S , 7,5%

Относительное стандартное отклонение, ΔS , 0,08

Доверительный интервал среднего при P = 0,95 и n-1: 90,3 $\pm$ 6,4%.

Среднее значение определения стандартных количеств и доверительный интервал среднего рассчитывался для концентраций 0,125; 0,25; 2,5 мг/м^3.

3. Избирательность метода

Определение не мешают все сопутствующие в производстве вещества (енамин, кетоэфир, мочевина, циклогексиламин, циклогексилмочевина, дибутиладипинат, бутанол), а также гербициды группы феноксиалканкарбоновых кислот, трихлорацетат натрия, далапон, симм. триазины, ХОП и др.

II.Реактивы,растворы,материалы

Ленацил, 99,5%-ный

Спирт этиловый технический, ГОСТ 18300-72

Ацетон, ГОСТ 2603-79

Насадка для хроматографической колонки: хроматон N-AW-DMCS (фр.0,20-0,25 мм) с 5% кремнийсиликона Е-301.

Азот технический газообразный ГОСТ 9293-74 в баллоне с редуктором.

Водород технический ГОСТ 3022-70 в баллоне с редуктором

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

II. Приборы и посуда

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором типа "Цвет" или аналогичный .

Колонка хроматографическая стеклянная 130 х 0,35 см.

Микрошприц МШ-10, ТУ 2-833-106

Испаритель ротационный ИР-1М, ТУ 25-11-917-74

Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-77

Фильтродержатель

Колбы грушевидные для отгонки растворителя, ГОСТ 10394-72

Колбы мерные, цилиндры, мензурки, ГОСТ 1770-74

Пипетки различной емкости, ГОСТ 20292-74

Стаканы химические емкостью 50 мл, ТУ 25-11-944-74

Подготовка к определению

Приготовление стандартных растворов

Стандартный раствор ленацила № 1 с концентрацией 1000 мкг/кг готовят растворением навески 0,0500 г в 50 мл этилового спирта. Раствор устойчив в течение недели.

Стандартный раствор ленацила № 2 с концентрацией 50 мкг/мл готовят разбавлением 2,5 мл в 50 мл этилового спирта. Раствор устойчив в течение недели.

Подготовка хроматографической колонки

Хроматографическую колонку заполняют насадкой, состоящей из хроматона с нанесенной на него в количестве 5% неподвижной жидкой фазой Е-301, устанавливают в термостат хроматографа и стабилизируют в токе газа-носителя при температурах 230°С 8-10 ч и 220°С - 2-3 ч. Колонку в период продувки отсоединяют от детектора.

IУ. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 4-5 л/мин аспирируют через бумажный фильтр "синяя лента", укрепленный в фильтродержателе. Для определения 1/2 ПДК отбирают 100 л воздуха. Пробы можно хранить в течение недели.

У „Условия анализа

Бумажный фильтр извлекают из фильтродержателя, помещают в химический стакан и экстрагируют трижды смесью этанола с ацетоном (3:1) порциями по 10 мл по 3–4 мин. Экстракты сливают в отгонную колбу. Растворитель отгоняют досуха (ротационный испаритель, ток воздуха). Сухой остаток растворяют в 1 мл смеси этанола с ацетоном (3:1).

Условия хроматографирования:

Рабочая шкала электрометра 100 x 10^{-12} а
Хроматографическая колонка стеклянная размером 130 x 0,35 см
Твердый носитель: хроматон N-Aw-DMCS (фр.0,20–0,25 мм)
Неподвижная жидкая фаза: кремнийсиликон Е-301, нанесенный в количестве 5% на хроматон
Температурный режим - изотермический
Температура (^{o}C) в термостате колонок 220, испарителя 250
Газ-носитель: азот технический
Скорость (мл/мин) газовых потоков: газа-носителя 100, водорода 50, воздуха 500.
Абсолютное время удерживания 8,75
Объем раствора, вводимый в испаритель 1–4 мкл.

Хроматографирование пробы проводят трижды, измеряют высоты пиков ленацила, вычисляют среднее значение высоты. В этих же условиях хроматографируют 1–4 мкл стандартного раствора ленацила № 2. Хроматографирование также проводят трижды, вычисляют среднее значение высоты пика.

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

$$X = \frac{G \cdot H_{пр} \cdot V_0}{H_{ст} \cdot V_1 \cdot V_{20}}$$

где: G – количество ленацила в хроматографируемом объеме стандартного раствора, мкг;

$H_{пр}, H_{ст}$ – средняя высота пика на хроматограмме растворов исследуемого и стандартного соответственно, мм;

V_1 – объем исследуемого раствора, вводимый в хроматограф, мл;

V_0 - общий объем исследуемого раствора, мл;

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

VI. 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 (отделениях, отделах) санитарно-эпидемиологических учреждений системы МЗ СССР № 2455-81 от 20.10.81.

VII. Разработчики

Пиленкова И.И., Фатьянова А.Д., Еркова Р.Г.

Всесоюзный научно-исследовательский технологический институт гербицидов и регуляторов роста растений (ВНИТИГ), г.Уфа.

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