

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 XIV-я

Москва - 1984

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. Хохоль-
кова (зам. председателя), В.Е. Кривенчук.

" УТВЕРЖДАЮ "

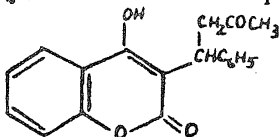
Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР

А. И. Заиченко

" 24 " августа 1983 г

№ 2867-83

Методические указания

по хроматографическому измерению концентраций
зоокумарина в воздухе рабочей зоны(Дополнение к Методическим указаниям на
хроматографическое определение зоокумарина
в воздухе № 2319-81 от 18 марта 1981г)

М.м. 308,23

3-аc-ацетонилбензид/-4-гидроксикумарин

Зоокумарин (варфарин) - белое кристаллическое вещество
с $T_{пл}$ 161°C. Хорошо растворим в ацетоне, диоксане; почти не
растворим в 95% этиловом спирте, эфире. Не растворяется в воде,
бензоле. Малелетуч. В воздухе может находиться в виде аэрозоля.

I. ХАРАКТЕРИСТИКА МЕТОДА

1. Определение основано на хроматографировании зоокумарина в
тонком слое сил.кагеля с последующим обнаружением зоны локали-
зации препарата путём использования реакции взаимодействия с
диазотированной сульфаниловой кислотой.

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

3. Предел измерения в анализируемом объёме пробы - 5 мкг

4. Предел измерения в воздухе - 0,05 мг/м³ (при отборе 100 л воз-
духа)

5. Диапазон измеряемых концентраций - 0,05-0,4 мг/м³

6. Определение не мешают другие гетероциклические соединения

7. Граница суммарной погрешности измерения - ± 13%

8. Предельно допустимая концентрация зоокумарина в воздухе ра-
бочей зоны - 0,1 мг/м³

П. РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ, МАТЕРИАЛЫ

Зоокумарин, 92%

Эфир диэтиловый, х.ч., ГОСТ 6262-79

Ацетон, х.ч., ГОСТ 2603-79

Спирт этиловый, 96%, ТУ 6-09-17-10-77

Бензол, х.ч., ГОСТ 5955-75

Сульфаниловая кислота, ч.д.а., ГОСТ 5821-78

Кали едкое, х.ч., ГОСТ 4203-65

Натрий азотистокислый, ч.д.а., ГОСТ 4197-75

Кислота соляная, х.ч., ГОСТ 3118-77

Натрий углекислый, х.ч., ГОСТ 83-79

Фильтры бумажные "оциная лента", ТУ 6-09-1678-77

Подвижная фаза : бензол-ацетон (2:1)

Проявляющий реактив : раствор 0,1г диазотированной сульфаниловой кислоты в 20 мл 10%-ного раствора углекислого натрия. Реактив готовят непосредственно перед анализом.

Диазотированную сульфаниловую кислоту получают следующим образом. 25г сульфаниловой кислоты растворяют в 125 мл 10%-ного раствора едкого кали. После охлаждения раствора добавляют 100 мл 10%-ного раствора азотистокислого натрия. Затем полученный раствор по каплям прибавляют к охлажденной льдом соляной кислоте (40 мл соляной кислоты уд.в.=1,19 в 20 мл воды) так, чтобы температура раствора не поднималась выше 8°C. Полученную диазотированную сульфаниловую кислоту отфильтровывают, промывают ледяной водой, этиловым спиртом, эфиром и сушат на воздухе. Реактив хранят в темной склянке.

Стандартный раствор зоокумарина в ацетоне концентрации 200 мкг/мл. Готовят растворением соответствующей навески препарата (с учётом действующего начала) в ацетоне в мерной колбе. Стандартный раствор устойчив в течение месяца.

Ш. ПРИБОРЫ И ПОСУДА

Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-77

Фильтродержатели

Чашки фарфоровые диаметром 4-5 см

Микропипетки, ГОСТ 1770-74, ёмкостью 0,1; 0,2 мл с оттянутыми концами

Хроматографические пластинки "Силуфол" (ЧССР), 150x150 мм

Камера для хроматографирования, ГОСТ 10565-75

Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 10391-74

17. УСЛОВИЯ ОТБОРА ПРОБ ВОЗДУХА

Воздух со скоростью 10 л/мин аспирируют через фильтр "синя лента". Для определения 1/2 ПДК необходимо отобрать 100 л воздуха. Срок хранения отобранных проб в сухом и темном месте неограничен.

У. УСЛОВИЯ АНАЛИЗА

Фильтр переносят в стаканчик, трижды промывают небольшими порциями ацетона /6-10 мл/. Фильтры отжимают стеклянной палочкой. Раствор сливают в фарфоровую чашку и упаривают на водяной бане при температуре 50°C до объема 0,1-0,2 мл, который количественно наносят на хроматографическую пластинку. На эту же пластинку наносят 0,025; 0,05; 0,1; 0,2 мл стандартного раствора зоокумарина, что соответствует 5; 10; 20; 40 мкг препарата. Затем пластинку помещают в хроматографическую камеру, в которую за 20 минут до хроматографирования была налита подвижная фаза бензол-ацетон /2:1/. После подъема фронта подвижной фазы на высоту 10 см пластинку вынимают из камеры, оставляют на воздухе до полного испарения следов растворителя и затем обрабатывают проявляющим реактивом. При наличии в пробе зоокумарина на пластинке проявятся желто-оранжевые пятна с величиной

$$R_f = 0,86 \pm 0,1.$$

Окрашка пятен устойчива в течение 24 часов.

Количественное определение проводят путем измерения площади пятен стандартных растворов и пробы.

Концентрацию зоокумарина в воздухе /X/ в мг/м³ вычисляют по формуле :

$$X = \frac{A \cdot S_{пр}}{\sqrt{20} \cdot S_{ст}}, \text{ где}$$

A - количество препарата, найденное в пробе, мкг;

S_{пр} - площадь пятна пробы, мм²;

S_{ст} - площадь пятна стандарта, мм²;

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

VI. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Соблюдать все требования по технике безопасности при работе в химических лабораториях.

VII. Разработчики.

Зиракишвили Э.В., Татишвили И.Н.

Грузинский НИИ гигиены труда и профзаболеваний им. Н.И.Мачавадзе.

СО 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 | 13 |
| Бензоилпропэтила и этилового эфира N-3,4- дихлор- фенилаланина | 17 |
| Беномила и БМК | 22 |
| Бентазона | 30 |
| Биоресметрина | 35 |
| Болстара | 40 |
| Бронокота | 48 |
| Бутилдиэптакса | 52 |
| Бутокарбоксима | 59 |
| Гидрела | 63 |
| ГМК-Na | 66 |
| Даконила | 70 |
| Диавинона, эптама, гамма-изомера ГХЦ, феномедидифама, ленашила, фосфамида и пиразона | 77 |
| Дигидрела | 89 |
| Диквата | 93 |
| Зоокумарина | 97 |
| Карбофурана | 100 |
| Крочетона | 104 |
| Менида и 3-хлор-4-метилэнилина | 108 |
| Метазина и компонентов гибридной смеси "карагард" | 113 |
| Мятака | 118 |
| Офунака | 124 |
| Пликтрана | 128 |
| Ратпидана | 132 |
| Раундана | 138 |
| Ровраля | 143 |
| Розалина | 148 |
| Синтетических пиретроидов (амбуш, депис, рипкорд, сумицидин) | 154 |
| Стомпа | 161 |

| | стр. |
|---|------|
| Сумилекса | 166 |
| Томиллона | 173 |
| Триморфамида | 180 |
| Фекама-трибуфона | 186 |
| Фталана | 192 |
| Препарата 242 . . . и металилхлорида (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 полдифрагмическим методом | 213 |
|--|-----|

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, фенилтроексона и п-нитрокрезола в лесной растительности и почве тонкослойной хроматографией | 241 |
|---|-----|

| | |
|---|-----|
| Методические указания по определению трихлорметафоса- З и его метаболитов в биоматериале методом газо- жидкостной хроматографии | 252 |
|---|-----|

Азотсодержащие пестициды

| | стр. |
|---|------|
| Методические указания по хроматографическому определению бутораббоксима в почве, воде и растительном материале | 260 |
| Методические указания по определению . . . ИМК-Ма, 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 паврлана 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 вдила в воде, растительном масле, семенах подсолнечника, траве | 311 |
| Методические указания по определению остаточных количеств пинбеа в сушеных овощах и плодах фотометрическим методом | 317 |

Биопрепараты

| | |
|--|-----|
| Временные методические указания по определению остаточных количеств препарата вириин-диприона на растительных объектах ИФ-методом | 325 |
| Временные методические указания по определению остаточных количеств биопрепарата вирин-КШ на растительных объектах иммуно-флюоресцентным методом . . . | 331 |