

РОСКОММССИЯ ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ,
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНИКАМИ 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 биоспрепаратов 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. Ххолькова (зам. председателя), В.Е. Кривенчук.

"УТВЕРЖДАЮ"

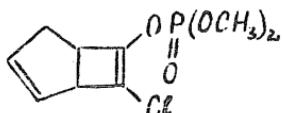
Заместитель Главного Государствен-
ного санитарного врача СССР

А.И.Занченко

" 24 " августа 1983 г.

иे 2845-83

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ОПРЕДЕЛЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ ХОСТАКИКА
В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ**



М. м. 250,5

Хостакек (гентенофос)-действующее начало 0,0-диметил-0- (6-хлорбицило /3,2.0/ гептадиен-1,5-ил) фосфат - жидкость, темпера-
тура кипения 64°C (0,075 мм рт.ст.). Давление паров $7,5 \cdot 10^{-4}$ мм рт.
ст. при 20°C. Хорошо растворим в ацетоне, метаноле, ксиоле (при
25°C-1000 г/л), хуже растворим в н-гексане (130 г/л). Растворимость
в воде 2,2 г/л. При применении может находиться в воздухе в виде
паров и аэрозоля.

I. Характеристика метода

1. Определение основано на хроматографировании анализируемого соединения в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зон локализации хостакика путем обработки водно-ацетоновым раствором нитрата серебра.

2. Отбор проб проводится с концентрированием (бумажный фильтр "синяя лента", ацетон- вода 7:3).

3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы-2 мл.

4. Предел измерения в воздухе-0,2 $\text{мг}/\text{м}^3$ (при отборе 10 л воздуха).

5. Диапазон измеряемых концентраций-0,2-10 $\text{мг}/\text{м}^3$.

6. Определение не мешают наполнители технического препарата.

7. Граница суммарной погрешности измерения $\pm 1\%$.

8. Предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны - $0,5 \text{ мг/м}^3$.

II. Реактивы, растворы, материалы

Ацетон, ч., ГОСТ 2601-79

и-Гексан, ч., ТУ-6-09-3375-78

Диэтиловый эфир, хч., ГОСТ 6262-79

Сульфат натрия безводный, ч., ГОСТ 4166-76

Сульфат кальция, чда, ГОСТ 3210-77

Нитрат серебра, чда, ГОСТ 277-75

Аммиак гидролизованный 25%, чда, ГОСТ 3760-79

Силикагель 5/40 + 13% гипса (*Chemapol*, ЧССР)

Пластинки "Силуэт" (*Chemapol*, ЧССР)

Фильтры бумажные беззольные "синая лента", ТУ-6-09-1678-77

Подложка фаза: гексан-ацетон 2:1

Производящий реагент - водно-ацетоновый раствор нитрата серебра.

Навеску нитрата серебра 0,5 г растворяют в 5 мл диэтилового эфира и воде, добавляют 7 мл аммиака ($d = 0,9 \text{ г/см}^3$) и доводят объем до 100 мл ацетоном. Срок хранения в холодильнике 5-6 дней.

Стандартный раствор хлостеклина, содержащий 100 мкг/мл вещества, готовят растворением 10 мг препарата в мерной колбе на 100 мл ацетона. Хранят в холодильнике не более 2-х месяцев.

III. Приборы и посуда

Электроаспиратор для отбора проб воздуха, ТУ-64-1-862-77

Фильтродержатели

Оклюзия для промывания и очистки газов (сплавина Дрекселя)

ТУ-25-И-1062-75

Ротационный вакуумный испаритель для отгонки растворителей ИР-1М

ИР-1М, ТУ 25-И-917-74

Облучатель ртутно-кварцевый, ТУ-64-1-1618-72

Воронки делительные емкостью 250 мл, ГОСТ 1770-74

Колбы комические емк. 100 мл, ГОСТ 10394-72

Колбы грушевидные для отгонки растворителя, ГОСТ 10394-72

Воронки химические диаметром 6 см, ГОСТ 8613-75

Колбы мерные на 25, 100 мл, ГОСТ 1770-74

Пинетки мерные на 0,1 и 1 мл, ГОСТ 1770-74

Цилиндры мерные на 50 мл, ГОСТ 1770-74

Камера хроматографическая, ГОСТ 10565-75

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 10391-74

Пластинки стеклянные 90 x 120 мм.

Приготовление пластинок. 14 г силикагеля и 1 г сульфата кальция смешивают с 40 мл дистиллированной воды, тщательно перемешивают. Полученную однородную массу наносят на 6-7 пластинок размером 90 x 120 мм (пластинки предварительно обезжирают).

IV. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 1 л/мин последовательно аспирируют через помещенный в фильтродержатель бумажный фильтр "синяя лента" и для поглощения паров через склянку Дрекселя, содержащую 100 мл смеси ацетон-вода 7:3.

Для определения I/2 ПДК следует отобрать не более 10 л воздуха. Продолжительность хранения пробы в холодильнике не более 2-х дней.

V. Условия анализа

Бумажный фильтр, содержащий аэрозоль, из фильтродержателя помещают в коническую колбу и заливают 30 мл ацетона. Экстрагируют в течение 1 часа. Экстракцию повторяют дважды. Объединенный экстракт сушат безводным сульфатом натрия (5-7 г) и сливают в колбу для отгонки растворителя.

Смесь ацетон-вода из поглотителя переносят в делительницу воронку, прибавляют 100 мл дистиллированной воды и реэкстрагируют препарат дважды по 20 мл хлороформом.

Объединенный хлороформный экстракт сушат безводным сульфатом натрия (5-7 г) и сливают в колбу для отгонки растворителя. Отгоняют растворитель под вакуумом до объема 0,2-0,3 мл при температуре бани не больше 40°C.

Подготовленную пробу количественно наносят при помощи капиллярной пипетки на хроматографическую пластинку так, чтобы диаметр пятна не превышал 1 см. Центр пятна должен быть на расстоянии от нижнего края пластины 1,5 см. Колбу с экстрактом 2-3 раза смыгают леботышками верхним диэталловым юбкой, который также наносят в центр пятна. Справа и слева от пробы наносят серию стандартных

растворов, содержащих 2, 5, 7 и 10 мкг препарата. Пластиинку с нанесенными растворами помещают в хроматографическую камеру ^Б, которую за 30 мин ^{до} хроматографирования залита смесь гексан-ацетом 2:1. После поднятия фронта подвижного растворителя на 10 см пластиинку вынимают и оставляют на несколько минут на воздухе для испарения подвижного растворителя. После этого пластиинку обрабатывают из пульверизатора водно-акетоновым раствором нитрата серебра и подвергают УФ облучению в течение 30 мин.

Холстакник проявляется в виде пятен черного цвета на белом фоне $R_f = 0,5 \pm 0,05$.

Количественное определение пестицида проводят путем сравнения интенсивности окраски и измерения площади пятна пробы и стандартного раствора. Измерение площади производится с помощью миллиметровой бумаги. Прямолинейная зависимость между площадью пятна и содержанием препарата в пятне соблюдается в интервале 1-10 мкг. Если содержание препарата в пробе превышает верхнюю границу диапазона 10 мкг, то для нанесения на пластиинку необходимо брать алкоголистную часть экстракта 0,1-0,2 мл параллельной пробы.

Концентрацию препарата (X) в воздухе мг/м³ вычисляют по формуле

$$X = \frac{Y \cdot V_1}{V_2 \cdot V^3}, \text{ где:}$$

Y - количество препарата, найденное в хроматографируемом объеме пробы, мкг;

V_1 - общий объем пробы, мл;

V - объем пробы, взятый для хроматографирования, мл;

V_2 - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

VI. Требования безопасности

Необходимо соблюдать общепринятые правила безопасности при работе с органическими растворителями, токсичными веществами и ртутьно-кварцевыми приборами.

VII. Разработчики.

Гиренко Д.Б., Морару Л.Б., Клисенко М.А.
ВНИИГИТОКС, г.Киев.

СОДЕРЖАНИЕ

I. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ В
ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ:

	стр.
Агелона и ситрина	3
Актеллика и примисида	8
Алара	13
Бензоилпропиатла и этилового эфира N-3,4-дихлор- фенилаланина	17
Беномила и БМК	22
Бентазона	30
Биоресметрина	35
Болстара	40
Бронокота	48
Бутилкаптакса	52
Бутокарбоксима	59
Гидрела	63
ГМК-Na	66
Даконила	70
Диазинона, эптами, гамма-изомера ГХГ, фенмединифама, ленапила, фосфамида и пиразона	77
Дигидрэла	89
Диквато	93
Зоокумагина	97
Карбофурана	100
Крошетона	104
Менида и 3-хлор-4-метиляпилина	108
Метазина и компонентов тиробицидной смеси "карагард" .	113
Митака	118
Офунака	124
Пликтрана	128
Ратнидана	132
Раундана	138
Ровраля	143
Розалина	148
Синтетических пяретроидов (амбуш, декс, рипкорд, суминидин)	154
Стомпа	161

	стр.
Сумилекса	166
Томилона	173
Триморфамида	180
Фекама-трибуфона	186
Фталана	192
Препарата 242 и металлилхлорида (МХ)	200
Хостаквика	206
Эдила	210
 П. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЬЙ СРЕДЕ	
 Хлорогранические пестициды	
Методические указания по определению остаточных количество гексахлорана (линдана) в сушеном картофеле полярографическим методом	218
 Фосфорогранические 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, фенитрооксона 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

Автоодержание пестицида	стр.
Методические указания по хроматографическому определению буторакбоксона в почве, воде и растительном материале	260
Методические указания по определению ,IMK-Na, гидрела, дигидрела методом спектрофотометрии в воде, растительном материале (томаты, блоки, свекла).	267
Временные методические указания по определению лонтре-ла в воде, почве и растениях методом газо-жидкостной хроматографии	275
Временные методические указания по определению павлана 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-спектро-Фотометрии с использованием тонкослойной хроматографии	305
Методические указания по фотометрическому определению эдина в воде, растительном масле, семенах подсолнечника, траве	311
Методические указания по определению остаточных количеств пинеба в сушеных овощах и плодах фотометрическим методом	317
Биопрепараты	
Временные методические указания по определению остаточных количеств препарата вирин-диприона на растительных объектах ИФ-методом	325
Временные методические указания по определению остаточных количеств биопрепарата вирин-КШ на растительных объектах иммуно-флуоресцентным методом.	331