

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.

диапазона (10 мкг), то для нанесения на пластинку необходимо брать aliquотную часть экстракта (0,1; 0,2 мл и т.д.) параллельной пробой.

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

$$X = \frac{g \cdot V_1}{V_{20} \cdot V}, \text{ где:}$$

- g - количество препарата, найденное в хроматографируемом объеме пробы, мкг;
 V_1 - общий объем пробы, мл;
 V - объем пробы, взятый для хроматографирования, мл;
 V_{20} - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

VI. Требования безопасности

Необходимо соблюдать общепринятые правила безопасности при работе с органическими растворителями и токсическими веществами.

VII. Разработчики.

Гиренко Д.Б., Клисенко М.А., Фокина С.А.
 ВНИИГИНТОКС, г.Киев.

Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР

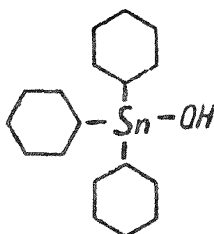
А.И.Зайченко

" 22 " Октября 1981г.

№ 2454-81

Временные

Методические указания по хроматографическому из-
мерению концентраций пикитрана в воздухе рабочей
зоны.



М.м. 385,0

Пикитран (циклогексатин, действующее начало - трициклогек-
силовогогидроксида) - белое кристаллическое вещество;

Т. пл. 245°C, однако при обычных условиях точка плавления
равна температуре плавления бис-трициклогексилового-оксида, ко-
торый образуется при 120-137°C. Точка плавления технического
продукта (95-96% чистоты) - 195-198°C. Растворимость в 100г
растворителя (20°C): хлороформ - 21,6; метанол - 3,7; метилен
хлористый - 3,4; четыреххлористый углерод - 2,8; бензол - 1,6;
диэтиловый эфир - 0,69; кислота - 0,36; ацетон - 0,13; вода -
- 0,0001.

Нелетуч, стабилен в нормальных температурных условиях и при
температуре до 52°C. Водная суспензия пикитрана стабильна в пре-
делах pH слабнокислой с. щ. щелочной. При взаимодействии с силь-
ными кислотами образуется соль. Препаративная форма пикитрана
стабильна в течение 2-х лет при хранении в нормальных условиях.

При применении может находиться в воздухе в виде аэрозоля.

I. Характеристика метода.

I. Определение основано на хроматографировании пикитрана в

тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зон локализации препарата путем обработки: а) гексатоксилином, б) пирокатехоловым фиолетовым, в) кверцетином.

2. Отбор проб проводится с концентрированием (фильтры бумажные "синяя лента")
3. Предел измерения в воздухе — $0,016 \mu\text{г}/\text{м}^3$ (при отборе 30 л воздуха).
4. Предел измерения в анализируемом объеме — $0,5 \text{ мкг}$.
5. Диапазон измеряемых концентраций — $0,016 - 1,0 \text{ мкг}/\text{м}^3$.
6. Определению не мешают препараты акрекс, кельтан, антио, фосфамид применяемые, как и пликтран, против растительноядных клещей.
7. Граница суммарной погрешности измерения — $\pm 12,2\%$.
8. ОБУВ пликтрана — $0,2 \text{ мкг}/\text{м}^3$.

II. Реактивы, растворы, материалы.

Пликтран, х.ч.

н-Гексан, хч, ТУ 6-09-3375-78

Уксусная кислота, хч, ГОСТ 61-75

Этиловый спирт, хч, ТУ 6-09-1710-77

Серная кислота, чда, ГОСТ 4204-77, 0,2н водный раствор

Лимонная кислота, хч, ГОСТ 908-79, 0,5% водный раствор

Гематоксилин, хч, имп.

Пирокатехоловый фиолетовый, индикатор, чда, ТУ 6-09-07-1087-78

Кверцетин, хч, (ЧССР)

Пластины хроматографические "Силуфол" (ЧССР)

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

Подвижная фаза: гексан-уксусная кислота (49:10,5)

Проявляющий реактив М1: 0,1% раствор гексатоксилина в этиловом спирте. Устойчив в течение 1 недели.

Проявляющий реактив М2: насыщенный раствор пирокатехолового фиолетового в этиловом спирте. Устойчив в течение 1 недели.

Проявляющий реактив М3: 0,1% раствор кверцетина в этиловом спирте. Устойчив в течение 1 недели.

Стандартный раствор пликтрана с содержанием 100 мкг действующего вещества в 1 мл гексана готовят из хч вещества. Хранят в сухом, прохладном месте не более 1 месяца.

Аспирационное устройство

Фильтродержатели

Прибор для отгонки растворителя, ТУ 25-11-917-74

Колбы конические, ГОСТ 10394-72, на 250мл

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74, на 50, 100мл

Колбы круглодонные, ГОСТ 10394-72, на 100мл

Пипетки, ГОСТ 20292-74, на 1, 5, 10мл

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, на 100мл

Стаканы химические, ГОСТ 10394-72, на 50, 100мл

Воронки лабораторные, ГОСТ 8613-73

Камера для хроматографирования, ГОСТ 1065-66

Камера для опрыскивания

Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 19391-63

Ртутно-кварцевая лампа ПРК-2 или ПРК-4, ТУ 16-535-280-74

Аппарат для встряхивания жидкости в лабораторной посуде,
ТУ 64-1-1081-73

Денситометр БМАН-170, ТУ 64-1-56-73

IV Условия отбора проб воздуха.

Исследуемый воздух со скоростью 3л/мин аспирируют через бу-
мажный фильтр "синяя лента". Для определения 1/2 ОБУВ следует
отобрать не более 30л воздуха.

Пробы хранить не более суток.

V. Условия анализа.

Фильтр переносят в коническую колбу на 250мл и заливают
15-20мл гексана. Экстрагируют пликтран на встряхивателе в течение
5 минут. Растворитель сливают в колбу прибора для его отгонки.
Фильтр дважды промывают небольшими порциями гексана и промыва-
ные жидкости также сливают в колбу прибора для отгонки раство-
рителя. Растворитель выпаривают при температуре 50°C до небольшо-
го объема и экстракт количественно наносят на хроматографичес-
кую пластинку. Затем развивают хроматограмму в системе подвиж-
ных растворителей гексан-уксусная кислота (49:10,5). После окон-
чания хроматографирования пластинку вынимают из камеры и остав-
ляют на несколько минут на воздухе (под вытяжкой) для удаления
следов растворителя. Хроматограммы проявляют одним из нижеука-

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
Бутилкаптакса	52
Бутокарбосима	59
Гидрела	63
ГМК-На	66
Даконила	70
Диазинона, эптама, гамма-изомера ГХЦ, фенмедетифама, ленашила, фосфамида и пиразона	77
Дигидгела	89
Диквата	93
Зоокумапина	97
Карбофурана	100
Крочетона	104
Менида и 3-хлор-4-метиленилина	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, сумипидин)	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 полярографическим 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, фенилтрооксона и п-нитрокрезола в лесной растительности и почве тонкослойной хроматографией	241
---	-----

Методические указания по определению трихлорметафоса- 3 и его метаболитов в биоматериале методом газо- жидкостной хроматографии	252
---	-----

Азотоудержающие пестициды

стр.

Методические указания по хроматографическому определению буторахлорима в почве, воде и растительном материале	260
Методические указания по определению ИМК-На, 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 эдила в воде, растительном масле, семенах подсолнечника, траве	311
Методические указания по определению остаточных количеств пинабеа 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 вириин-КШ на растительных объектах иммуно-флюоресцентным методом . .	331