

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.

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

Концентрацию препарата (X) в воздухе в $\text{мг}/\text{м}^3$ вычисляют по формуле:

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

\mathcal{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.

ВНИИГИДТОКС, г. Киев.

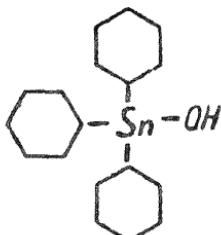
Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР

А.И.Зайченко

"22" Октябрь 1981г.
№ 2459-81

Временные

Методические указания по хроматографическому измерению концентраций пликтрана в воздухе рабочей зоны.



М.м. 385,0

Пликтран (циклогексатин, действующее начало – трициклогексилоловогидроксил) – белое кристаллическое вещество;

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

Нелетуч, стабилен в нормальных температурных условиях и при температуре до 52°C. Водная суспензия пликтрана стабильна в пределах pH слабокислой – щелочной. При взаимодействии с сильными кислотами образуется соль. Препартивная форма пликтрана 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 пликтрана в

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

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

II. Реактивы, растворы, материалы.

Пликтран, х.ч.

и-Гексан, х.ч, ТУ 6-09-3375-78

Уксусная кислота, х.ч, ГОСТ 61-75

Этиловый спирт, х.ч, ТУ 6-09-1710-77

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

Лимонная кислота, х.ч, ГОСТ 908-79, 0,5% водный раствор

Гематоксилин, х.ч, имп.

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

Кверцетин, х.ч, (ЧССР)

Пластинки хроматографические "СилуФол" (ЧССР)

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

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

Произвляющий реагент №1 : 0,1% раствор гематоксилина в этиловом спирте. Устойчив в течение I недели.

Произвляющий реагент №2 : насыщенный раствор пирокатехолового фиолетового в этиловом спирте. Устойчив в течение I недели.

Произвляющий реагент №3 : 0,1% раствор кверцетина в этиловом спирте. Устойчив в течение I недели.

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

III. Приборы и посуда

Аспирационное устройство

Фильтродержатели

Прибор для отгонки растворителя, ТУ 25-II-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 встраивания жидкости в лабораторной посуде, ТУ 64-I-1081-73

Денситометр БИАН-170, ТУ 64-I-56-73

IV Условия отбора проб воздуха.

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

Пробы хранить не более суток.

У. Условия анализа.

Фильтр переносят в коническую колбу на 250мл и заливают 15-20мл гексана. Экстрагируют пистолетом на встраивателе в течение 5 минут. Растворитель сливают в колбу прибора для его отгонки. Фильтр дважды промывают небольшими порциями гексана и промывные жидкости также сливают в колбу прибора для отгонки растворителя.

Растворитель выпаривают при температуре 50°C до небольшого объема и экстракт количественно наносят на хроматографическую пластинку. Затем развивают хроматограмму в системе подвижных растворителей гексан-уксусная кислота (49:10,5). После окончания хроматографирования пластинку вынимают из камеры и оставляют на несколько минут на воздухе (под вытяжкой) для удаления следов растворителя. Хроматограммы проявляют одним из индикаторов:

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-метилэнапиана	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 металлического хлорида (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 количеств 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

Автосодержащие пестициды

	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