

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"

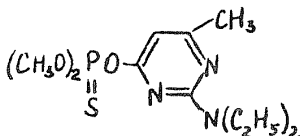
Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР

А.И.ЗАИЧЕНКО

" 24 " августа 1983 г.

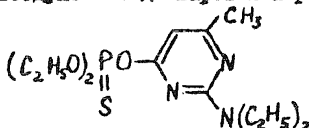
№ 2857-83

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ АКТЕЛЛИКА И
ПРИМИЦИДА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



М. м. 305,4

Актеллик (пиримифос-метил) - действующее начало - 0,0-диметил-О-(2-диэтиламино-6-метилпиримидил-4)-тиофосфат)- жидкость соломенного цвета. Плохо растворим в воде, хорошо растворим в большинстве органических растворителей. Нестоек в кислой и щелочной средах. Давление пара - $1 \cdot 10^{-4}$ мм рт.ст. (30°C). При применении может находиться в воздухе в виде паров и аэрозоля.



М. м. 333,4

Примицид (фернекс) (Пиримифос-этил) - действующее начало - 0,0-диэтил-О-(2-диэтиламино-6-метилпиримидил-4)-тиофосфат)- бесцветная с желтым оттенком маслянистая жидкость, разлагается при 130°C. Растворимость в воде меньше 1 мг/л. Хорошо смешивается с большинством органических растворителей. Быстро разрушается при нагревании с растворами щелочей и минеральных кислот. Давление пара $2,9 \cdot 10^{-4}$ мм рт.ст. (25°C). При применении может находиться в воздухе в виде паров и аэрозоля.

I. Характеристика метода

1. Определение основано на хроматографировании анализируемых соединений в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зон локализации препаратов путем обработки реактивом Драгендорфа.

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

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

4. Предел измерения в воздухе - $0,2 \text{ мг/м}^3$ (при отборе 20 л воздуха).

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

6. Определению не мешают другие наполнители технического препарата.

7. Граница суммарной погрешности измерения: $\pm 16,4\%$ (примипид), $\pm 14,6\%$ (актеллик).

8. Предельно допустимая концентрация актеллика - 2 мг/м^3 .

9. ОБУВ примипида - $0,2 \text{ мг/м}^3$

II. Реактивы, растворы, материалы

Ацетон, ч., ГОСТ 2603-79

н-Гексан, ч., ТУ-6-09-3375-75

Диэтиловый эфир, х.ч., ГОСТ 6262-79

Сульфат натрия безводный, ч., ГОСТ 4166-76

Нитрат висмута, основной, ч., ГОСТ 4110-75

Винная кислота, ч., ГОСТ 5817-77

Иодид калия, х.ч., ГОСТ 4232-79

Сульфат кальция, чда., ГОСТ 3210-77

Силикагель ЛС 5/40 μ + 13% глиса (Chemapol, ЧССР)

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

Подвижная фаза: гексан-ацетон (4:1)

Проявляющий реактив (раствор Драгендорфа). Готовят раствор А - 1,7 г основного нитрата висмута растворяют в 30 мл дистиллированной воды и добавляют 20 г винной кислоты. Раствор Б - 16 г иодида калия растворяют в 40 мл дистиллированной воды. Растворы А и Б смешивают в равных объемах. При хранении в темном прохладном месте раствор стоек в течение года.

Рабочий раствор. Для обработки I пластинки отбирают I мл подготовленного основного раствора, прибавляют 2 г винной кислоты и

разбавляют 10 мл дистиллированной воды.

Стандартные растворы актеллика и примипида, содержащие 100 мкг/мл вещества, готовят растворением 10 мг препарата в мерной колбе с притертой пробкой в 100 мл ацетона. Хранят в холодильнике не более 2-х месяцев.

Ш. Приборы и посуда

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

Фильтродержатели

Склянка для промывания и очистки газов (склянка Дрекслея), ТУ 25-II-1062-75

Ротационный вакуумный испаритель для отгонки растворителей
ИР -1 М, ТУ 25-II-917-74

Водяная баня, ТУ 64-1-425-74

Воронки делительные емк. 250 мл, ГОСТ 1770-74

Колбы конические емк. 100 мл, ГОСТ 10394-72

Колбы грушевидные, ГОСТ 10394-72

Воронки химические диаметром 6 см, ГОСТ 8613-75

Колбы мерные на 25 мл, ГОСТ 1770-74

Пипетки на 0,1 мл, 1 мл, ГОСТ 1770-74

Цилиндры мерные на 50 мл, ГОСТ 1770-74

Камера хроматографическая, ГОСТ 10565-75

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 10591-74

Пластины стеклянные 90 x 120 мм

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

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 Дрексель, содержащий 100 мл смеси ацетон-вода (7:3). Для определения 1/2 ЦДК следует отобрать не более 20 л воздуха. Длительность хранения пробы в холодильнике не более 2-х дней.

У. Условия анализа

Бумажный фильтр, содержащий аэрозоль, из фильтродержателя помещают в коническую колбу и заливают 20 мл ацетона. Экстрагируют пестицид из фильтра в течение 1 часа. Экстракцию повторяют дважды. Объединенный экстракт сушат б/з сульфатом натрия (5-7 г) и сливают в колбу для отгонки растворителя.

Смесь ацетон-вода из поглотителя переносят в делительную воронку, прибавляют 100 мл дистиллированной воды и рекстрагируют препараты дважды по 20 мл хлороформа. Объединенный хлороформенный экстракт сушат безводным сульфатом натрия (5-7 г) и сливают в колбу для отгонки растворителей. Отгоняют растворитель под вакуумом до объема 0,2-0,3 мл при температуре бани не выше 40°C. Подготовленную пробу количественно наносят при помощи капиллярной шплетки на хроматографическую пластинку так, чтобы диаметр пятна не превышал 1 см. Центр пятна должен быть на расстоянии 1,5 см от нижнего края пластинки. Колбу с экстрактом 2-3 раза смывают небольшими (1 мл) порциями диэтилового эфира, который также наносят в центр первого пятна. Справа и слева от пробы наносят стандартные растворы пестицида, содержащие 2, 5 и 10 мкг препарата. Пластинку с нанесенными растворами помещают в хроматографическую камеру, в которую за 30 мин до хроматографирования налито 30 мл смеси гексан-ацетон (4:1). После поднятия фронта растворителя на 10 см пластинку вынимают и оставляют на несколько минут на воздухе для испарения подвижного растворителя. После этого пластинку обрабатывают из пульверизатора рабочим раствором реактива Драгендорфа. Препараты проявляются в виде пятен кирпично-красного цвета на желтом фоне. R_f актеллика = $0,44 \pm 0,05$, R_f примипида = $0,54 \pm 0,05$. Окраска устойчива в течение 10-15 мин.

Количество препарата в пробе определяют сравнением интенсивности окраски и площади пятен пробы и стандартного раствора. Измерение площади проводится с помощью миллиметровой бумаги. Строится калибровочный график зависимости количества препарата в мкг от площади пятна. 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 пластинку необходимо брать aliquотную часть экстракта (0,1-0,2 мл) параллельной пробы.

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

$$X = \frac{\% \cdot V_1}{V_1 \cdot V}, \text{ где:}$$

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

V₁ - общий объем пробы, мл;

V - объем пробы, взятый для хроматографирования, мл;

V₂ - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

VI. Требования безопасности

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

VII. Разработчики.

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

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
Бутокарбоксима	59
Гидрела	63
ГМК-На	66
Даконила	70
Диазинона, эптама, гамма-изомера ГХЦ, фенмедетифама, ленашила, фосфамида и пиразона	77
Дигидгела	89
Диквата	93
Зоокумагина	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, сумипридин)	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
---	-----

Азотодержащие пестициды

стр.

Методические указания по хроматографическому определению бутаракбоксима 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 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 вириин-КШ на растительных объектах иммуно-флюоресцентным методом	331