

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.

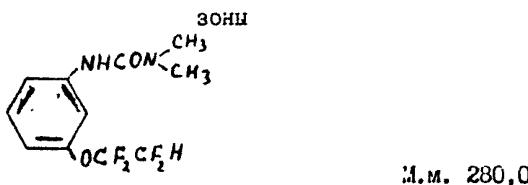
"УТВЕРЖДАЮ".

Заместитель Главного Государственного Санитарного врача СССР

А.И.ЗАЙЧЕНКО
" 12 " мая 1980 г.
№ 2780-83

ВРЕМЕННЫЕ
МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по хроматографическому и газохроматографическому измерению концентраций томилона в воздухе рабочей



Томилон (спирохим-тетрафлуорон, действующее начало -N,N-диметил-N'-(3-тетрафторэтоксифенил) мочевина) - белое кристаллическое вещество, Т.пл. 115-117°C. Растворимость в воде 225 мг/л при 25°C. Хорошо растворим в большинстве органических растворителей. Выпускается в виде 65% смачивающегося порошка.

Агрегатное состояние в воздухе - аэрозоль.

I. Характеристика метода

I. Определение основано на: 1) хроматографировании томилона в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зоны локализации препарата путем обработки: а) смесью бромфенолового синего с азотно-кислым серебром. б) при нагревании пластинки при температуре 160-170°C; 2) газожидкостной хроматографии с примене-

нием детектора захвата электронов.

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

3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы - 0,5 мкг (ТСХ), 0,5 нг (ГХХ).

4. Предел измерения в воздухе - 0,25 мг/м³ /при отборе 2 л воздуха (анализ методом ТСХ), 0,5 л воздуха (анализ методом ГХХ)/.

5. Диапазон измеряемых концентраций - 0,25-5 мг/м³ (ТСХ), 0,25-1,0 мг/м³ (ГХХ).

6. Определению методом ТСХ не мешают изомеры ГХЦГ, рогор, базудин, антио и фозалон. Определению методом ГХХ не мешают: изомеры ГХЦГ, ДДТ, гептахлор, базудин и толуин.

7. Граница суммарной погрешности измерения - \pm 14,8% (ГХХ), \pm 17,2% (ТСХ).

8. Ориентировочно-безопасный уровень воздействия томилона в воздухе рабочей зоны - 0,5 мг/м³ (рекомендуемый).

II. Реактивы, растворы и материалы

Томилон, х.ч.

Этилацетат, х.ч., ГОСТ 22300-76.

Фильтр "синяя лента", ТУ 6-09-1676-77

Стандартный раствор № I томилона в этилацетате концентрации 100 мкг/мл. Устойчив в течении месяца, при условии хранения в холодильнике, в плотно закрытой колбе.

К методу ТСА.

Гексан, ч., ТУ 6-09-3375-78

Эфир для наркоза (Фармакопея).

Четыреххлористый углерод, ч., ГОСТ 20288-74

Бромфеноловый синий, ч.д.а., ТУ 6-09-1058-76

Ацетон, ч.ч., ГОСТ 2003-79

Серебро азотнокислое, ч.ч., ГОСТ 1277-75

Подвижная фаза: 1) гексан-эфир (1:4), 2) четыреххлористый углерод-эфир (1:4).

Проявляющий реагент: 50 мг бромфенолового синего растворяют в 10 мл ацетона и доводят до 100 мл 1% водно-ацетоновым раствором азотнокислого серебра (ацетон-вода - 3:1). Раствор устойчив 2 суток.

К методу ГХК.

Носитель для газовой хроматографии - Хроматон N - AW DiCS' размером 0,16-0,2 мм

Буджая фаза $\pm 5\%$ S E-30.

Стандартные растворы №№ 2, 3 томилона в этилацетате концентрации 10 и 1,0 мг/мл. Готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № 1.

Ш. Приборы и посуда.

Аэрикационное устройство, ТУ 64-1-262-77

Фильтродержатели

Ротационный испаритель ИР-1, ТУ 25-11-917-76

Баня водяная, ТУ 64-1-2850-76

Пипетки, ГОСТ 20292-74, на 1, 2, 5 и 10 мл

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74

Посуда лабораторная стеклянная, ГОСТ 1770-74

К методу ТСХ.

Хроматографические камеры, ГОСТ 10565-75
 Капилляры стеклянные диаметром 0,2: 0,5 и 1 мм
 Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 10391-74
 Колбы круглодонные для отгонки растворителей
 Пластиинки для хроматографии "Силуфол" (ЧССР) размером 150 x 150 мм.

К методу ГХХ

Ш. Приборы и посуда

Газовый хроматограф с детектором по захвату электронов (ДЭЗ)
 Микрошициц МШ-10
 Хроматографическая колонка, стеклянная, длиной 1 м и внутренним диаметром 3,5 мм

IV. Условия отбора проб воздуха

Исследуемый воздух со скоростью 1 л/мин аспирируют через фильтр "синяя лента", укрепленный в фильтродержатель. Для определения 1/2 ОВВ достаточно отобрать 2 литра воздуха (при анализе методом ТСХ) или 0,5 л воздуха (при анализе методом ГХХ).
 Срок хранения проб - 15 дней.

У. Условия анализа

Фильтр переносят в стакан и трижды промывают этилацетатом по 10 мл, при помешивании стеклянной палочкой. Растворитель сливают в колбу для отгонки растворителей, концентрируют пробу до объема 0,2-0,3 мл (при анализе методом ТСХ) или до объема 1 мл (при анализе методом ГХХ).

Условия анализа методом ТСХ.

Пробу при помощи капилляров количественно наносят на хроматографическую пластиинку, так чтобы размер пятна не превышал 0,5

см (по диаметру). Параллельно с пробой справа и слева наносят стандарты томилона, содержащие 0,5; 3,0; 5,0; 10 мкг препарата.

Пластинку помещают в камеру для хроматографирования (в которую предварительно, за 15 мин, наливают подвижную фазу) таким образом, чтобы край пластиинки погружался в растворитель не более чем на 0,5 см. После поднятия подвижной фазы на высоту 10 см пластиинку вынимают из камеры и оставляют на воздухе до полного испарения растворителей.

Условия хроматографирования и проявления томилона могут быть следующими:

- а) подвижная фаза (гексан:эфир - 1:4). $R_f = 0,25 \pm 0,03$
- б) подвижная фаза (четыреххлористый углерод:эфир - 1:4) $R_f = 0,6 \pm 0,05$.

При обработке бромфеноловым ревактивом после нагревания при температуре 100°C препарат проявляется на пластиинке в виде черных пятен на сиреневом фоне. При 20 минутном воздействии температуры $170\text{--}180^{\circ}\text{C}$ в виде коричневых пятен на зеленом фоне.

Количественное определение томилона в анализируемой пробе проводится визуально по интенсивности окрашивания и площади пятен стандартных растворов и проб.

Условия анализа методом ГХХ.

Хроматографическую колонку с помощью вакуума заполняют готовой насадкой N-AW-ДМС 5+5% SE-30. Колонку кондиционируют при температуре 160°C в течение 10 часов в токе азота со скоростью 1 л/час при отсоединенном детекторе. Общую подготовку прибора проводят согласно инструкции.

Условия хроматографирования

Диаметр колонки	- 3,5 мм
Твердый носитель	- Хроматон N-AW -ДМС
Жидкая фаза	- 5% SE - 30
Температура колонки	- 130°
Температура испарителя	- 150°С
Температура детектора	- 230°С
Скорость газа-носителя, азот ОСЧ	- 3 л/час
Скорость диаграммой ленты	- 0,6 см/мин
Объем вводимой пробы	- 4 мл
Абсолютное время удерживания	- 2 мин 3 сек
Количественное определение проводят по соотношению: площадь пика-концентрация стандарта и пробы.	

Содержание томилона в воздухе (Х) в мг/м³ вычисляют по формуле:

$$\text{для ТСХ} - X = \frac{Y}{V_{20}}$$

$$\text{для ГАХ} - X = \frac{Y_{cr} S_{np} \cdot V_1}{S_{cr} V \cdot V_{20}}, \text{ где:}$$

\checkmark - количество препарата, найденное в хроматографируемом объеме пробы, мкг;

V - общий объем пробы, мл;

V_1 - объем пробы, взятый для хроматографирования, мл;

\checkmark_{cr} - количество препарата в стандарте введенном в хроматограф, мкг;

S_{np} - площадь пика анализируемой пробы, мм²;

S_{cr} - площадь пика стандартной пробы, мм²;

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

У. Требования безопасности.

Соблюдаются общие правила по технике безопасности, необходимые при работе с химическими реагентами и пестицидами.

УГ. Разработчики.

Чепкунов А.Б., Шарипов И.М.

Узбекский научно-исследовательский институт санитарии, гигиены и профзаболеваний.

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
Беномида 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
Дигидрела	89
Дикват	93
Зоокумагина	97
Карбодурана	100
Крочетона	104
Менида и 3-хлор-4-метиляпилина	108
Метазина и компонентов тиробицидной смеси "карагард" .	113
Митака	118
Офунака	124
Пликтрана	128
Ратиндана	132
Раундана	138
Роврала	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 1МК-На, 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 сушених 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