

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. ЗАЙЧЕНКО

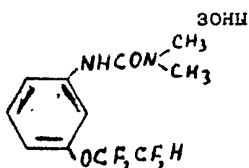
" 12 " мая 1988 г.

№ 2780-83

ВРЕМЯ И МЕСТО

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по хроматографическому и газохроматографическому
измерению концентраций томилон в воздухе рабочей



М.м. 280,0

Томилон (синоним-тетрафлурон, действующее начало - *N,N*-диметил - *N'*- (3-тетрафторэтоксифенил) мочевины) - 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 томилон в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зоны локализации прецарата путем обработки: а) смесью бромфенолового синего с азотнокислым 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, ДЦГ, гептахлор, базудин и толуин.

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

8. Ориентировочно-безопасный уровень воздействия томилонa 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 6-09-1674-77

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

К методу ТСХ.

Гексан, ч., ТУ 6-09-3375-78

Эфир для наркоза (Фармакопел).

Четыреххлористый углерод, ч., ГОСТ 20288-74

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

Ацетон, х.ч., ГОСТ 2003-79

Серебро азотнокислое, 4 д.з., ГОСТ 1277-75

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

Проявляющий реактив: 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 ГХ.

Носитель для газовой хроматографии - Хроматон N - А W ДМС' размером 0,16-0,2 мм

Бидкая фаза $\pm 5\%$ S E-30.

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

Ш. Приборы и посуда.

Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-77

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
 Пластины для хроматографии "Силуфол" (ЧССР) размером 150 x 150 мм.

К методу ГХ

Ш. Приборы и посуда

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

У. Условия отбора проб воздуха

Исследуемый воздух со скоростью 1 л/мин аспирируют через фильтр "синяя лента", укрепленный в фильтродержатель. Для определения 1/2 ОБУВ достаточно отобрать 2 литра воздуха (при анализе методом ТСХ) или 0,5 л воздуха (при анализе методом ГХ);
 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 ГХ).

Условия анализа методом ТСХ.

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

см (по диаметру). Параллельно с пробой справа и слева наносят стандарты томила, 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 пластинки погружался в растворитель не более чем на 0,5 см. После поднятия подвижной фазы на высоту 10 см пластинку вынимают из камеры и оставляют на воздухе до полного испарения растворителей.

Условия хроматографирования и проявления томила могут быть следующими:

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

При обработке бромфеноловым реактивом после нагревания при температуре 100°C препарат проявляется на пластинке в виде черных пятен на сиреновом фоне. При 20 минутном воздействии температуры 170-160°C - в виде коричневых пятен на элом фоне.

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

Условия анализа методом ГЖХ.

Хроматографическую колонку с помощью вакуума заполняют готовой насадкой N-AW - ДМС + 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

Длина колонки

1 м

Диаметр колонки	- 3,5 мм
Твердый носитель	- Хроматон N-AW - ДМС
Жидкая фаза	- 5% SE - 30
Температура колонки	- 130°
Температура испарителя	- 150°C
Температура детектора	- 230°C
Скорость газа-носителя, азот ОСЧ	- 3 л/час
Скорость диаграммной ленты	- 0,6 см/мин
Объем вводимой пробы	- 4 мкл
Абсолютное время удерживания	- 2 мин 3 сек

Количественное определение проводят по соотношению: площадь пика-концентрация стандарта и пробы.

Содержание томила в воздуха (X) в мг/м³ вычисляют по формулам.

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

$$\text{для ГХ} - X = \frac{y_{cf} \cdot S_{np} \cdot V_i}{S_{cf} \cdot V \cdot V_{20}}, \text{ где:}$$

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

V_i - общий объем пробы, мл;

V - объем пробы, взятый для хроматографирования, мл;

y_{cf} - количество препарата в стандарте введенном в хроматограф, мкг;

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

S_{cf} - 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 реактивами и пестицидами.

УІІ. Разработчики.

Чепкунов А.Б., Шаринов И.М.

Узбекский научно-исследовательский институт санитарии, гигиены и профзаболеваний.

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, ленапила, 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
---	-----

Азотодержащие пестициды

стр.

Методические указания по хроматографическому определению бутараксоима 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