

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"

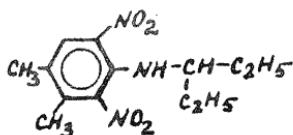
Заместитель Главного
Государственного сани-
тарного врача СССР

А.И.ЗАЙЧЕНКО
" 12 " мая 1983 г.
№ 2781 - 83

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ
ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ СТОМПА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Стомп - N - (I-этилпропил)-3,4-диметил-2,6-динитробензол-
амин.

Структурная формула



Эмпирическая

формула
 $\text{C}_{13}\text{H}_{19}\text{N}_3\text{O}_4$

М.и. 281,3

В чистом виде стомп представляет собой оранжево-желтые кристаллы без запаха. Растворимость в воде 0,3 мкг/л при 20°C. Хорошо растворим в органических растворителях. Т пл. 56-57°C, давление насыщенного пара $3 \cdot 10^{-5}$ мм рт.ст. при 25°C. Устойчив в кислой и щелочной среде. Выпускается в форме концентрата эмульсии (330 г д.в. на 1 л препарата), 50% смачивающегося порошка и 33% гранулированного препарата. Препарат слабодействует, LD_{50} для белых крыс 2700-2930 мг/кг. При применении может находиться в воздухе в виде аэрозоля.

I. Характеристика метода

1. Определение основано на хроматографировании стомпа на носящем с неподвижной фазой ЗБ-30 с детектором постоянной скорости рекомбинации (ГЖХ) и (или) в тонком слое пластиночного типа "silufol" с последующим обнаружением зон локализации препарата по естественной окраске пятна (1ЖХ).

2. Отбор проб воздуха проводится с концентрированием (бумажные обеззоленные фильтры "синяя лента").

3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы: ГХХ - 0,25 мг, ТСХ - 0,5 мкг.

4. Предел измерения в воздухе (при отборе 1000 л) - ГХХ - 0,0005 мг/м³, ТСХ - 0,005 мг/м³.

5. Диапазон измеряемых концентраций - ГХХ - 0,0005-0,005 мг/м³, ТСХ - 0,005-0,04 г/м³.

6. Определение не мешают нитрофенольные пестициды, наполнители технического препарата.

7. Граница суммарной погрешности измерения - ГХХ - ±8,5%, ТСХ - ±15%.

8. Предельно допустимая концентрация стомпа в воздухе не установлена.

II. Реактивы, растворы, материалы

Стомп, к.ч.

и-Гексан, кч, ТУ 6-09-3375-78

Бензол, чда, ГОСТ 5955-75

Пластиинки "silufol", (Хемапол, ЧССР) 15 x 15 см

Хроматон Н-AW-ДМС (0,16-0,20 мм) с 5% SE-30

Азот газообразный особой чистоты, ГОСТ 9293-74(в баллоне с редуктором)

Фильтры бумажные обеззоленные ("синяя лента") диаметр 6-7 мм
Стандартный раствор стомпа (основной), содержащий 100 мкг/мл,
готовят растворением 10 мг стомпа в и-гексане в мерной колбе на 100 мл.

Стандартные растворы (рабочие), содержащие 0,05-40 мкг/мл стомпа,
готовят в градуированных пробирках емкостью 10 мл соответствую-
щим разбавлением и-гексаном основного стандартного раствора.

Растворы можно хранить длительное время в стынках с притер-
той пробкой, в холодильнике.

III. Приборы и посуда

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

Ротационный вакуумный испаритель, ИР-1М, ТУ 25-И-917-74, или
аналогичный прибор для отгонки растворителей под вакуумом
Фильтродержатели

Баня водная, ТУ 64-1-2850 -76

Камера хроматографическая, ГОСТ 10565-63

Вакуумный водоструйный насос, ГОСТ 10396-75

Микроприц на 10 мкл, ТУ 5К 2.833.024

Посуда лабораторная стеклянная мерная, ГОСТ 1770-74

Вата стеклянная

Секундомер

Измеритель

Линейка

Хроматограф "Цвет-106" с детектором постоянной скорости рекомбинации азотонов или аналогичный прибор

IV. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 5 л/мин протягивают через бумажный обеззоленный фильтр ("синяя лента"), помещенный в фильтродержатель. Для анализа отбирают 100 л воздуха. Срок хранения отобранных проб - 5 суток.

V. Условия анализа

Фильтр помещают в стакан емкостью 100 мл, заливают 15-20 мл н-гексана и оставляют на 10-15 мин. Гексановый экстракт сливают в грушевидную колбу ротационного испарителя, тщательно отжимая фильтр стеклянной палочкой. Эту операцию повторяют 3-4 раза. Растворитель испаряют до объема 0,5-1,0 мл под вакуумом, а затем при комнатной температуре досуха. Сухой остаток растворяют в 1 мл н-гексана, колбу закрывают пришлифованной пробкой, тщательно обмывают стенки колбы растворителем и анализируют методом ГХХ и (или) ТСХ.

Анализ методом ГХХ

Хроматографическую колонку заполняют хроматоном Н-AW -ДМС (0,16-0,20 мм) с 5% SE-30 с применением вакуума, концы колонки закрывают стекловатой и кондиционируют при скорости азота 60 мл/мин при температуре 230⁰С в течение 6 часов без подсоединения к детектору. Общую подготовку прибора проводят согласно инструкции.

Условия определения на хроматографе

Длина колонки-1 м

Диаметр колонки-3 мм

Твердый носитель хроматон Н-АВ-ДМС

Жидкая фаза - СЕ-30 (5%)

Температура колонки - 210°C

Температура испарителя - 200°C

Температура детектора - 230°C

Скорость потока азота для продувки колонки - 60 мл/мин

Скорость потока азота для продувки детектора - 150 мл/мин

Скорость диаграммной ленты самописца - 240 мм/час

Рабочая шкала электрометра - 20.10⁻¹² а

Объем вводимой пробы - 5 мкл

Абсолютное время удерживания стомпа составляет - 3 мин 8 сек.

Количественное определение препарата проводят методом абсолютной калибровки по высоте пиков.

Для построения градиуровочного графика в хроматограф вводят последовательно по 5 мкл стандартных растворов стомпа с концентрацией 0,05, 0,1, 0,2, 0,3, 0,5 мкг/мл (нг/мкл), измеряют высоту пиков и вычисляют среднее арифметическое из 5-ти определений. После этого строят график зависимости высоты пика, от количества стомпа.

Концентрацию стомпа в мг/м³ воздуха (Х) вычисляют по формуле

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

G - количество стомпа, найденное по градиуровочному графику, нг;

V - общий объем раствора пробы, мл;

V - объем раствора пробы, введенный в хроматограф, мкл;

₂₀ V - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

Анализ методом ТСХ

Пробу в н-гексане сконцентрированную до объема 0,2-0,3 мл, количественно наносят при помощи капиллярной пипетки на старовую линию пластиинки. Рядом с пробой наносят по 0,1 мл каждого рабочего стандартного раствора стомпа, чтобы получить шкалу с содержанием 0,5, 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 мкг стомпа в каждом пятне. Пластиинку помещают в хроматографическую камеру, куда за 10 - 15 мин до хроматографирования наливают смесь растворителей н-гексан:бензол (1:1) в таком количестве, чтобы глубина погружения

слоя в растворитель составила 0,5 см. После подъема фронта растворителя от линии старта на высоту 10 см хроматографирование прекращают. О наличии стомпа в пробе воздуха свидетельствует появление на хроматограмме желтого пятна препарата с R_f 0,62-0,65.

Количество стомпа в пробе определяют по площади пятна. Для этого вычисляют площадь пятна стомпа из пробы воздуха и площадь пятна стандарта, близкого по интенсивности окраски к пятну из пробы. Площадь пятен вычисляют аналогично вычислению площади прямоугольника, используя в качестве сомножителей размеры пятна по вертикальной и горизонтальной оси.

Концентрацию стомпа в $\text{мг}/\text{м}^3$ воздуха (X) вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot S_2}{S_1 \cdot V_{20}}, \text{ где:}$$

C - количество стомпа в пятне стандарта, близкого по окраске к пятну пробы, мкг;

S_1 - площадь пятна стандарта, мм^2 ;

S_2 - площадь пятна пробы, мм^2 ;

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

VI. Требования безопасности

Необходимо соблюдать требования безопасности, рекомендуемые для работы с ядовитыми веществами, органическими растворителями, скатыми газами.

VII. Разработчики.

Шагидкина А.М., Клисенко М.А., Гиренко Д.Б.,
ИИИИИНТОКС, г.Киев.

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

Автоодержание пестицида	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