

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 "

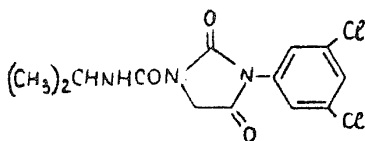
Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР

А.И.ЗАИЧЕНКО

" 24 " августа 1983 г.

№ 2863-83

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



М.м. 330,17

4-(N-Изопропилкарбамойл)-3-(3,5-дихлорфенил)гидантоин.

Ровраль (ипродимон) – белое кристаллическое вещество с температурой плавления 136°C. В воде малорастворим, хорошо растворяется в большинстве органических растворителей. При нормальных условиях хранения устойчив и малолетуч. Выпускается в виде 50%-ного смачивающегося порошка. При применении может находиться в виде аэрозоля.

1. Характеристика метода

1.0. Определение основано на хроматографировании ровраля в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зон локализации препарата по реакции азосочетания.

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

3. Предел измерения-0,5 мкг в анализируемом объеме пробы.

4. Предел измерения— $0,1 \text{ мг/м}^3$, при отборе 5 л воздуха.
5. Диапазон измеряемых концентраций— $0,1-6,0 \text{ мг/м}^3$.
6. Определению не мешают препараты дерозал, бендат, зупарен, применяемые, как и ровраль, в борьбе с серой гнилью.
7. Граница суммарной погрешности измерения— $\pm 16,5\%$.
8. Ориентировочно безопасный уровень воздействия ровраля — $1,0 \text{ мг/м}^3$.

П. Реактивы, растворы, материалы

Ровраль, х.ч.

Пластины хроматографические "Силафол"

Этанол, ТУ-6-09-17-10-77, 96%

Хлороформ, ч.д.в., ГОСТ 20015-74

Гексан, ТУ 6-09-3375-78

Бутиловый спирт, ч.д.в., ГОСТ 6006-78

Толуол, ч.д.в., ГОСТ 5789-76

Натр едкий, х.ч., ГОСТ 4328-77, 1н раствор

Кислота соляная, чда, ГОСТ 3118-77, концентрированная,
5н раствор, 1н раствор, 0,1н раствор

Натрий азотистокислый, чда, ГОСТ 4197-75

Аммоний хлористый, хч, ГОСТ 3773-72

Аммоний сульфаминовокислый, ч, ТУ 6-09-1747-72

N-(1-нафтил)этилендиамин дигидрохлорид, ч, ТУ 6-09-2544-72

Ацетон, ГОСТ 2603-79

Калий едкий, ГОСТ 9285-78, 15% этанольный раствор

1-нафтол, ГОСТ 5838-70

Дифениламин, ГОСТ 7825-70

Цинк хлористый, ГОСТ 4529-76

Фильтры бумажные "смятая лента", ТУ 6-09-1678-77

Подвижные фазы : толуол-этиловый спирт (9:1); гексан-бути-

ловый спирт (4:1), гексан-ацетон (3:2).

Реагенты : № 1 - к 10г азотистокислого натрия приливают 20мл концентрированной соляной кислоты и доводят объем жидкости до 50 мл дистиллированной водой. Раствор используется свежеприготовленным;

№ 2 - 2г натрия азотистокислого растворяют в 100 мл 0,1н раствора соляной кислоты;

№ 3 - 5 г аммония хлористого или сульфаминовокислого растворяют в 100 мл 0,1н раствора соляной кислоты;

№ 4 - к 2,8 г едкого калия приливают 50 мл дистиллированной воды и добавляют 0,1 г 1-нафтола. Раствор устойчив в течение 7 дней при хранении на холоде;

№ 5 - 0,5 г дифениламина растворяют в 100 мл ацетона и добавляют 0,5 г цинка хлористого. Раствор используется свежеприготовленным;

№ 6 - 5 г N-(1-нафтил)этилендиамина дигидрохлорида растворяют в 100 мл 1н раствора соляной кислоты. Раствор устойчив в течение месяца.

Стандартный раствор роврала в хлороформе или этаноле с содержанием 100 мкг/мл. Раствор устойчив в течение 10 дней при хранении на холоде.

III. Приборы и посуда

Аспирационное устройство

Фильтродержатели

Прибор для отгонки растворителя

Камера для хроматографирования, ГОУТ 10565-75

Камера для опрыскивания

Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 10391-74

Посуда лабораторная стеклянная, ГОСТ 1770-74

Микропипетки на 0,1 мл или медицинский шприц на 1 мл для нанесения проб и стандартных растворов.

Денситометр БИАИ-170

IV. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 5 л/мин протягивают через бумажный фильтр "синяя лента". Для определения 1/2 ОБВ ровраля следует отобрать 5 л воздуха.

V. Условия анализа

Фильтр переносят в химический стакан и заливают 8-10 мл хлороформа или этанола. Экстрагируют ровраль при периодическом встряхивании в течение 20-30 минут. Растворитель сливают в колбу прибора для отгонки растворителя. Фильтр дважды промывают 2-3 мл хлороформа или этанола и промывные порции объединяют с экстрактом. Растворитель упаривают до объема 0,2-0,5 мл и наносят количественно на хроматографическую пластинку. Пластинку помещают в камеру для хроматографирования, предварительно заполненную одной из подвижных фаз: толуол-этиловый спирт (9:1); гексан-бутиловый спирт (4:1); гексан-ацетон (3:2).

После достижения фронтом растворителя 10-12 см, пластинку вынимают из камеры и оставляют на воздухе (под вытяжкой) для удаления следов подвижной фазы. В зависимости от проявляющего реактива условия проявления хроматограмм следующие.

I. Опрыскивают пластинку смесью 1н раствора едкого натра и этилового спирта (50:50). Выдерживают пластинку в сушильном шкафу при 120°C в течение 10 минут. Затем опрыскивают 5н раствором соляной кислоты и последовательно растворами № 2 и № 3. Высушивают пластинку в токе воздуха и опрыскивают реагентом № 6.

II. Опрыскивают пластинку 15% этанольным раствором едкого калия, подвергают термической обработке при 150°C в течение 20

минут. Затем последовательно обрабатывают реактивом № I и реактивом № 4 или № 5.

При наличии ровраля на хроматограммах проявляются розово-фиолетовые пятна при применении N-(1-нафтил)этилендамина дигидрохлорида, оранжевые пятна - 1-нафтола или малиновые - дифениламина. R_f пятен 0,50-0,55.

Содержание вещества в пробе находят по градуировочному графику, для построения которого на ряд пластинок наносят стандартные растворы ровраля с содержанием 0,5; 1; 2...30 мкг вещества. Разливают и обрабатывают хроматограммы, как описано выше. Затем получают денситограмму и строят график зависимости площади денситограммы от концентрации ровраля. Линейная зависимость функции $S_{\text{мм}}^2 = f(C)$ сохраняется в пределах 0,5-30 мкг.

По градуировочному графику находят концентрацию ровраля в хроматографируемой пробе. Содержание ровраля в мг/м^3 воздуха (X) рассчитывают по формуле :

$$X = \frac{A}{y_{20}}$$

где: A - количество ровраля в пробе, мкг;

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

VI. Требования безопасности

Меры предосторожности при работе с ровралем - как с малотоксичными препаратами. Все операции следует проводить в вытяжном шкафу.

VII. Разработчики.

Хохолькова Г.А. - Киевский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Багдасарян Л.С., Бунятян Ю.А. - Армянский филиал ВНИИГИНТОКС-а.

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, феномедифама, ленашила, 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

П. 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, фенилтроексона 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
---	-----

Азотоудержающие пестициды

стр.

Методические указания по хроматографическому определению буторахлорима 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 эдिला в воде, растительном масле, семенах подсолнечника, траве	311
Методические указания по определению остаточных количеств пинабеа 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