

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"

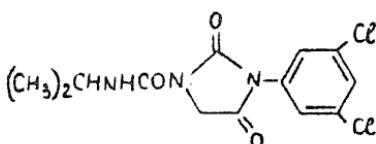
Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР

А.И.ЗАИЧЕНКО

"24" августа 1983 г.

№ 2863-83

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



И.и. 330,17

1-(N-Изопропилкарбомоил)-3-(3,5-дихлорфенил)гидантоин.

Ровраль (ипродион) - 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 смиаивающегося порошка. При применении может находиться в виде аэрозоля.

I. Характеристика метода

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

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

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

4.Предел измерения-0,1 мг/м³, при отборе 5л воздуха.

5.Диапазон измеряемых концентраций-0,1-6,0 мг/м³.

6.Определение не мешают препараты дерозал, бензат, зупарен, применяемые, как и ровраль, в борьбе с серой гнилью.

7.Граница суммарной погрешности измерения-± 16,5%.

8.Ориентировочно безопасный уровень воздействия роврала - 1,0 мг/м³.

П. Реактивы, растворы, материалы

Ровраль, х.ч.

Пластинки хроматографические "Силуфол"

Этанол, ТУ-6-09-17-10-77, 96%

Хлороформ, ч.д.а., ГОСТ 20015-74

Гексан, ТУ 6-09-3375-78

Бутиловый спирт, ч.д.а., ГОСТ 6006-78

Толуол, ч.д.а., ГОСТ 5789-78

Натр щадкий, 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 сульфатнокислый, ч, ТУ 6-09-1747-72

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

Ацетон, ГОСТ 2603-79

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

1-нафтол, ГОСТ 5838-70

Дифениламин, ГОСТ 7825-70

Цинк хлористый, ГОСТ 4529-76

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

Подвижные фазы : толуол-стироловый спирт (9:1); гексан-бутан-

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

Реагенты : № 1 - к 10г азотистокислого натрия приливают 20мл концентрированной соляной кислоты и доводят объём 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 холода;

№ 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)этилендиамин дигидрохлорида растворяют в 100 мл 1н раствора соляной кислоты. Раствор устойчив в течение месяца.

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

II. Приборы и посуда

Аспирационное устройство

Фильтродержатели

Прибор для отгонки растворителя

Камера для хроматографирования, ГОСТ 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 БИАН-170

IV. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 5 л/мин протягивают через бумажный фильтр "синяя лента". Для определения I/2 ОБУВ ровраль 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 реагента условия проявления хроматограмм следующие.

I. Опрыскивают пластинку смесь Ih раствора едкого натра и этилового спирта (50:50). Выдерживают пластинку в сушильном шкафу при 120°C в течение 10 минут. Затем опрыскивают 5h 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 течении 20

минут. Затем последовательно обрабатывают реагентом № 1 и реагентом № 4 или № 5.

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

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

По градуированочному графику находят концентрацию роврала в хроматографируемой пробе. Содержание роврала в $\text{мг}/\text{м}^3$ воздуха (X) рассчитывают по формуле:

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

где: A - количество роврала 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 мало-токсичными препаратами. Все операции следует проводить в вытяжном шкафу.

VII. Разработчики.

Хохолькова Г.А.- Киевский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Багдасарян Л.С., Буняян Ю.А.- Армянский филиал ВНИИГИМОКСа.

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 пестицидов

| | 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 эдила 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 |