

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.

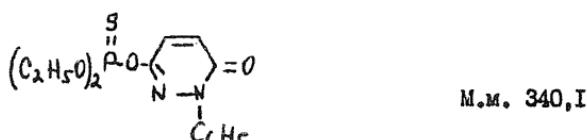
"УТВЕРЖДАЮ"

Заместитель Главного Государствен-
ного санитарного врача СССР

А.И.ЗАЙЧЕНКО

"24" августа 1983 г.

№ 2850-83

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ
ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ОФУНАКА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Офунак-(пиридафентион), - действующее начало. 0-(2-фенилпири-
дазон-3-ил-6)-0,0 диэтилтиофосфат - светло-желтое кристалличес-
кое вещество. Практически не растворим в воде, растворим во мно-
гих органических растворителях, в том числе спиртах, ароматичес-
ких углеводородах. При кипячении со щелочами разлагается. При
применении может находиться в воздухе в виде паров и аэрозоля.

I. Характеристика метода

1. Определение основано на хроматографировании анализируемо-
го соединения в тонком слое силикагеля с последующим обнаружени-
ем зон локализации препарата путем обработки реактивом Драгген-
дорфа.

2. Отбор проб проводится с концентрированием (бумажный фильтр
"синяя лента" или стеклянный фильтр Шотта, смесь ацетон-вода
7:3).

3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы - 2 мкг

4. Предел измерения в воздухе-0,2 мг/м³ (при отборе 10 л воздуха).

5. Диапазон измеряемых концентраций-0,2-10 мг/м³

6. Определению не мешают наполнители технического препарата.

7. Граница суммарной погрешности измерения: $\pm 19,9\%$

8. ОБУВ огурника - 0,5 мг/м³.

II. Реактивы, растворы, материалы

Ацетон, ч., ГОСТ 2603-79

Гексан, хч., ТУ 6-09-3395-78

Хлороформ, хч., ГОСТ 20015-74

Диэтиловый эфир, хч., ГОСТ 6262-79

Сульфат натрия безводный, ч., ГОСТ 4166-76

Нитрат висмута основной, ч., ГОСТ 4110-75

Винная кислота, ч., ГОСТ 5817-77

Иодид калия, хч., ГОСТ 4232-79

Сульфат кальция, чда., ГОСТ 3210-77

Силикагель ЛС 5/40 + 15% гипса для тонкослойной хроматографии
(Миларс, ЧССР)

Фильтры бумажные беззольные "синяя лента"

Подвижная фаза: гексан-ацетон(1:1)

Проявляющий реагент (реактив Драггендорфа). Готовят:

Раствор А - 1,7 г основного нитрата висмута растворяют в 80 мл дистиллированной воды и добавляют 20 г винной кислоты.

Раствор Б - 16 г иодида калия растворяют в 40 мл дистиллированной воды. Растворы А и Б смешивают в разных объемах. При хранении в темном прохладном месте, раствор стоек в течение года.

Рабочий раствор. Для обработки одной пластинки отбирают 1 мл приготовленного основного раствора, прибавляют 2 г винной кислоты и разбавляют 10 мл дистиллированной воды.

Стандартный раствор огурника, содержащий 100 мкг/мл вещества, готовят растворением 10 мг препарата в мерной колбе с притертой пробкой в 100 мл ацетона. Хранят в холодильнике не более 2-х месяцев.

III. Приборы и посуда

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

Фильтродержатели

Стеклянный фильтр Шотта, №2, диаметр пор 40 мк

Склянка для промывки и очистки газов (склянка Дрекселя),

ТУ .25-II-1062-75

Ротационный вакуумный испаритель для отгонки растворителей,
МРТУ 42-2589-66

Водяная баня

Воронки делительные емк. 250 мл, ГОСТ 1770-74

Колбы конические емк. 100 мл, ГОСТ 10394-72

Колбы грушевидные, ГОСТ 10394-72

Воронки химические диаметром 6 см, ГОСТ 8613-75

Колбы мерные на 25 мл, ГОСТ 1770-74

Цилиндры мерные на 50 мл, ГОСТ 1770-74

Камера хроматографическая, ГОСТ 10565-63

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 19391-63

Пластинки стеклянные 90 x 120 мм

Приготовление реагентов: 14 г силикагеля ЛС 5/40, смешивают с 1 г гипса, тщательно растирают, добавляют 40 мл дистиллированной воды, хорошо перемешивают. Полученную однородную массу наносят на 6-7 пластинок размером 90 x 120 мм (пластинки предварительно обезжиривают).

IV. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 1 л/мин последовательно аспирируют через помещенный в фильтродержатель бумажный фильтр "синяя лента" (или стеклянный фильтр Шотта) и для поглощения паров через склянку Дрекселя, содержащую 50 мл смеси ацетон-вода 7:3 в течение 20 мин. Для определения I/2 ОБУВ следует отобрать 10 л воздуха. Длительность хранения пробы не более 2-х суток.

У. Условия анализа

Бумажный фильтр, содержащий аэрозоль, из фильтродержателя помещают в коническую колбу и заливают 20 мл ацетона. Экстрагируют петрифид из фильтра в течение 30 мин. Экстракцию повторяют дважды. Объединяют ацетоновый экстракт, сушат безводным сульфатом натрия и переносят в колбу для отгонки растворителя.

Смесь ацетон-вода из склянки Дрекселя переносят в делитель-

ную воронку, прибавляют 150 мл дистиллированной воды и экстрагируют препарат дважды по 20 мл хлороформа. Объединяют органический слой, сушат безводным сульфатом натрия, сливают в колбу для отгонки растворителей.

Упаривают органический растворитель до объема 0,2-0,3 мл при температуре бани не выше 60°С. Далее проводят определение методом ТСХ. (Если для поглощения аэрозоля использовали стеклянный фильтр с пористой гластиной, то поверхность фильтра смывают дважды по 20 мл ацетона, тщательно обмывая поверхность фильтра, сливают ацетон через слой сульфата натрия в колбу для отгонки растворителя. Из поглотителя препарат экстрагируют так, как описано выше. Объединяют органический слой, концентрируют и анализируют методом ТСХ).

Подготовленную пробу количественно наносят при помощи капиллярной пипетки на хроматографическую пластинку так, чтобы диаметр пятна не превышал 1 см. Центр пятна должен быть на расстоянии 1,5 см от нижнего края пластинки. Колбу с экстрактом 2-3 раза смывают небольшими порциями дизтилового эфира, который также наносят в центр пятна. Справа и слева от пробы наносят серию стандартных растворов пестицида, содержащие 2, 5, 7 и 10 мкг препарата.

Пластинку с нанесенными растворами помещают в хроматографическую камеру, в которую за 30 мин до хроматографирования наливают смесь гексан-ацетон 1:1. После поднятия фронта подвижного растворителя на 10 см, пластинку вынимают и оставляют на несколько минут на воздухе для испарения подвижного растворителя. После этого пластинку обрабатывают из пульверизатора рабочим раствором реактива Драггендорфа. Офунак проявляется в виде пятен кирпично-красного цвета на желтом фоне. R_f офунака 0,65±0,05.

Количество препарата в пробе определяют сравнением интенсивности окраски и площади пятен пробы и стандартного раствора. Составляется калибровочный график зависимости количества препарата в мкг от площади и интенсивности пятна. Прямолинейная зависимость между площадью и интенсивностью пятна и содержанием препарата в пятне наблюдается в интервале 1-10 мкг.

Если содержание препарата в пробе превышает верхнюю границу

СОДЕРЖАНИЕ

I. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ В
ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ:

	стр.
Агелона и ситрина	3
Актеллика и примисида	8
Алара	13
Бензоилпропиола 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-метиляпилина	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

Автосодержащие пестициды

	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