

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"

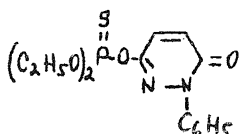
Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР

А.И.ЗАЙЧЕНКО

"24" августа 1983 г.

№ 2850-83

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



М.м. 340, I

Офунак-(пиридафентин), — действующее начало 0-(2-фенилпиридазон-3-ил-6)-0,0 диэтилтиофосфат — светло-желтое кристаллическое вещество. Практически не растворим в воде, растворим во многих органических растворителях, в том числе спиртах, ароматических 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 анализируемого соединения в тонком слое силиката с последующим обнаружением зон локализации препарата путем обработки реактивом Драгтендорфа.

2. Отбор проб проводится с концентрированием (бумажный фильтр "омния 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 офуака - 0,5 мг/м³.

II. Реактивы, растворы, материалы

Ацетон, ч., ГОСТ 2603-79

Гексан, хч., ТУ 6-09-3375-78

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 (Silmarol, СССР)

Фильтры бумажные беззольные "синяя лента"

Подвижная фаза: гексан-ацетон(1:1)

Проявляющий реактив (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 равных 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 офуака, 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

Стекланный фильтр Шотта, №2, диаметр пор 40 мк

Склянка для промывания 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

Пластины стеклянные 90 x 120 мм

Приготовление реактивов: 14 г силикагеля ДС 5/40_μ 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 Дрекслея, содержащую 50 мл смеси ацетон-вода 7:3 в течение 20 мин. Для определения 1/2 ОБУВ следует отобрать 10 л воздуха. Длительность хранения пробы не более 2-х суток.

V. Условия анализа

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

Смесь ацетон-вода из склянки Дрекслея 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°C. Далее проводят определение методом ТСХ. (Если для поглощения аэрозоля использовали стеклянный фильтр с пористой бластиной, то поверхность фильтра смывают дважды по 20 мл ацетона, тщательно обмывая поверхность фильтра, сливают ацетон через слой сульфата натрия в колбу для отгонки растворителей. 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 диэтилового 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 налита смесь гексен-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 Драгтендорфа. Офунак проявляется в виде пятен кирпично-красного цвета на желтом фоне. R_f офунака $0,65 \pm 0,05$.

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

Если содержание препарата в пробе превышает верхнюю границу,

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, 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, сумипридин) | 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 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 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 |