

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

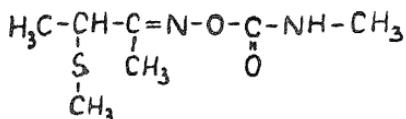
А.И. ЗАЙЧЕНКО

" 12 " May 1983 r.

K 2808-83

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ ЭКАЗАНИЯ

по хроматографическому измерению концентраций бутикарбоксими-
в воздухе рабочей зоны



M.M. 190. I

Бутокарбоксим (синоним - дравин 755. действующее начало 0- (N-метилкарбамоил)-2-метилтитанон-3-оксии) - белое кристаллическое вещество, температура плавления 35-37°C. Растворимость в воде 3%, хорошо растворим в большинстве органических растворителей. Технический продукт- коричневая жидкость или крематалы, температура плавления 22-28°C.

Агрегатное состояние в воздухе при применении пары и аэро-
золь.

I. Характеристика метода

I. Определение основано на хроматографировании бутикарбоксимида в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зоны локализации препарата путем обработки раствором марганцевокислого калия или парами иода.

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

3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы - 1 мкг.

4. Предел измерения в воздухе - 0,25 мг/м³ (при отборе 4 л воздуха).

5. Диапазон измеряемых концентраций - 0,25 - 5,0 мг/м³.

6. Определение не мешают: ГХЦГ, ДДТ, толуин, бензидин, антио и рогор.

7. Граница суммарной погрешности измерения - ± 16,4%.

8. Ориентировочно безопасный уровень воздействия бутокарбоксина в воздухе рабочей зоны - 0,5 мг/м³ (рекомендуемый).

П. Реактивы, растворы и материалы

Бутокарбоксим, ГОСТ 18300-72

Хлороформ, чда, ГОСТ 20015-74

Гексан, ч, ТУ 6-09-3375-78

Ацетон, хч, ГОСТ 2603-79

Бензол, хч, ГОСТ 5955-75

Калий марганцовокислый, хч, ГОСТ 20490-75, 0,3% раствор

Иод кристаллический, чда, ГОСТ 4159-79

Натрий сернокислый, б/в, ГОСТ 4166-76

Фильтр беззольный "синяя лента", ТУ 6-09-1678-77

Подвижные фазы: 1). гексан-бензол-ацетон (10:1:3); 2). хлороформ-гексан-ацетон (5:4:1).

Стандартный раствор бутокарбоксина в хлороформе концентрации 100 мкг/мл. 0,01 г бутокарбоксина хч растворяют в хлороформе в мерной колбе на 100 мл и доводят растворителем до метки. Раствор устойчив 1 месяц при условии хранения в холодильнике.

Ш. Приборы и посуда

Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-77

Фильтродержатели

Поглотительные приборы с пористой пластинкой № 1

Ротационный испаритель марки ИР-1М, ТУ 25-II-917-76

Баня водяная, ТУ 64-1-2850-76

Пипетки, ГОСТ 20292-74, на 1, 2, 5 и 10 мл

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74

Пластинки для хроматографии "Силуфол", размером 150 x 150 мм

Камера хроматографическая стеклянная, ГОСТ 10565-75

Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 10391-74

Камера с парами иода. На дно эксикатора в чашку Петри помещают 1-2 г кристаллов иода, смачивают водой. Длительность использования 1 месяц.

IV. Условия отбора проб воздуха

Исследуемый воздух со скоростью 1 л/мин аспирируют через последовательно соединенный фильтр "синяя лента" и охлаждаемый поглотительный прибор с пористой пластинкой, заполненный 5 мл этанола. Для определения I₂/ОБУВ следует отобрать 4 л воздуха. Срок хранения проб 8 дней.

V. Условия анализа

Фильтр помещают в химический стаканчик и заливают 15 мл этанола, хорошо перемешивают стеклянной палочкой, фильтр отжимают и удаляют. Раствор пробы сливают в колбу ротационного испарителя, в которую сливают из поглотительного прибора. Растворитель отгоняют в вакууме при 30° С почти досуха. Сухой остаток растворяют в 0,3 мл хлороформа, омывая стенки колбы. Раствор пробы количественно наносят на хроматографическую пластинку так, чтобы диаметр пятна не превышал 0,5 см. Справа и слева от пробы наносят 0,01 ; 0,05 0,1 ; 0,2 мл стандартного раствора бутокарбоксамила, что соответствует содержанию 1, 5, 10, 20 мкг препарата.

Пластинку помещают в камеру для хроматографирования, в которую за 20-30 мин до хроматографирования наливают подвижную fazу гексан-бензол-acetон (10:1:3). После того, как фронт растворителя поднимется на высоту 10 см, пластинку вынимают и оставляют на воздухе до полного испарения растворителей. Затем ее опрыскивают 0,3% раствором марганцовокислого калия и нагревают над

электрической жилкой в течение 1-2 мин. На розовом фоне проявляется желтое пятно бутонарбоксина с $R_f = 0,3 \pm 0,05$.

В качестве альтернативы можно использовать следующие условия хроматографирования и проявления бутонарбоксина : подвижная фаза хлороформ-гексан-ацитон (5:4:1), R_f бутонарбоксина $0,67 \pm 0,03$; проявляющий реагент : 1). пары иода (бутонарбоксин проявляется в виде желтых пятен на желтовато-розовом фоне); 2). в УФ-свете при 254 нм препарат проявляется в виде серых флуоресцирующих пятен на зеленом фоне.

Количественное определение бутонарбоксина проводят путем сравнения интенсивности окраски и измерения площади (с помостью промасленной миллиметровой бумаги) пятен пробы и того стандарта, площадь которого наиболее близка по величине и интенсивности окраски к пятну пробы.

Концентрации бутонарбоксина в воздухе (Х) в мг/м³ вычисляют по формуле:

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

C - количество препарата в анализируемом объеме пробы, мкг

V₁ - общий объем пробы, мл

V - объем пробы, взятый для анализа, мл

V₂₀ - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

У1. Требования безопасности

Соблюдаются общие правила по технике безопасности, необходимые при работе с химическими реактивами и пестицидами.

У2. Разработчики.

Ахунова Н.Ш., Чола В.Д., Кур А.А., Узбекский НИИ санитарии гигиены и профзаболеваний

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

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 эдила 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