

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

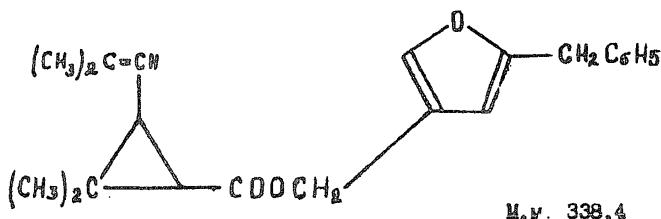
_____ А.И. ЗАЙЧЕНКО

" 24 " августа 1983 г.

№ 2853-83

ВРЕМЕННЫЕ

Методические указания по хроматографическому измерению концентраций биоресметрина в воздухе рабочей зоны



Биоресметрин (действующее начало - (+)-цис, транс-(2-Бензилфурфурил-4-метил)этилэзантемат) - воскоподобное вещество соломенно-желтого цвета, с резким запахом, Т.пл. 43-48°C (при 0,01 мм.рт.ст.), содержит 20-30% цис - и 80-70% транс - изомера. Практически нерастворим в воде, хорошо растворим в большинстве органических растворителей (в частности в ацетоне, хлороформе, бензоле, 10%-ном этаноле). Легко гидролизуется под действием щелочей и минеральных кислот. Выпускается в виде 10% э.к. и препарата для УМО. При применении может находиться в воздухе в виде паров и аэрозоля.

I. Характеристика метода

1. Определение основано на хроматографировании биоресметрина в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зоны локализации препарата путем обработки: а) раствором перманганата калия, б) смесью растворов сернокислой меди и роданистого калия, в) смесью раствора иодистого кадмия и паранитрофенола.

2. Отбор проб проводится с концентрированием (силикагель)

3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы - 1 мкг

4. Предел измерения в воздухе - $0,5 \text{ мг/м}^3$ (при отборе 2 л воздуха).

5. Диапазон измеряемых концентраций - $0,5 - 5,0 \text{ мг/м}^3$

6. Определению не мешают: изомеры, ГХЦГ, толуол, базудин, рогор и фозалон.

7. Граница суммарной погрешности измерения $\pm 16,3\%$

8. Ориентировочно безопасный уровень воздействия биоресметрина в воздухе рабочей зоны - 1 мг/м^3 (рекомендуемый).

II. Реактивы, растворы, материалы

Биоресметрин, х.ч.

Ацетон, х.ч., ГОСТ 2603-79

Гексан, ч., ТУ 6-09-3375-78

Хлороформ, ч.д.а., ГОСТ 20015-74

Бензол, х.ч., ГОСТ 5955-75

Калия перманганат, ч.д.а., ГОСТ 20490-75

Медь сернокислая, х.ч., ГОСТ 4165-78

Калий роданистый, ч.д.а., ГОСТ 4139-75

Пара-нитрофенол, ч., ТУ 6-09-3973-75

Кадмий иодистый, ч.д.а., ГОСТ 8421-79

Силикагель марки АСМ

Вата обезжиренная

Подвижная фаза: 1) гексан-бензол (1:1); 2) гексан-хлороформ-бензол (1:2:1).

Проявляющий реактив № 1: 0,25% водный раствор перманганата калия. Устойчив в течение суток.

Проявляющий реактив № 2: смесь равных объемов 30% раствора сернистой меди и 10% раствора роданистого калия. Устойчив 10 дней.

Проявляющий реактив № 3: растворить 1 г паранитрофенола в 100 мл 5% раствора нитристого кадмия. Устойчив 3 суток.

Стандартный раствор биоресметрина в ацетоне концентрации 100 мкг/мл, готовят в мерной колбе на 25 мл. Раствор хранить в холодильнике, устойчив в течение 1 месяца.

Ш. Приборы и посуда

Аспирационное устройство, ТУ 64-I-862-77

Гофрированные трубки, стеклянные с рабочей длиной 55 мм

Ротационный испаритель ИР-I, ТУ 25-II-917-76

Баня водяная, ТУ 64-I-2850-76

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

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74

Капилляры стеклянные диаметром 0,2, 0,5, 1 мм

Хроматографические камеры, ГОСТ 10565-75

Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 10395-74

Пластины для хроматографии "Силуфол" (ЧССР), размером 150x150 мм

IV. Условия отбора проб воздуха

Исследуемый воздух со скоростью 1 л/мин аспирирует через гофрированную трубку с силикагелем. Для определения 1/2 ОБУВ достаточно отобрать 2 л воздуха.

У. Условия анализа

Гофрированные трубки с силикагелем промывают ацетоном (20–30 мл) против потока поглощения, раствор упаривают на водяной бане до объема 0,2–0,3 мл и при помощи стеклянных капилляров количественно наносят на хроматографическую пластинку, так чтобы размер пятна не превышал 0,5 см (по диаметру). Параллельно с пробой справа и слева наносят стандартный раствор биоресметрина, содержащий 1,5 и 10 мкг препарата. Пластинку помещают в камеру для хроматографирования (в которую предварительно, за 30 мин была залита подвижная фаза) таким образом, чтобы край пластинки погружался в растворитель не более, чем на 0,5 см). После поднятия фронта подвижной фазы на высоту 10 см, пластинку из камеры вынимают и оставляют на воздухе до полного испарения растворителей.

Условия хроматографирования и проявления биоресметрина могут быть следующими:

1) подвижная фаза гексан-бензол (1:1), проявляющий реагент № 1 (раствор перманганата калия) – на розовом фоне проявляются желтые пятна биоресметрина с $R_f = 0,35 \pm 0,05$.

2) подвижная фаза гексан-хлороформ-бензол (1:2:1):

а) проявляющий реагент № 2 (растворы сернокислой меди и роданистого калия), после обработки проявителем пластинку помещают в сушильный шкаф, нагретый до 110° , на 5–8 мин. Биоресметрин проявляется в виде темно-коричневых пятен на фиолетовом фоне с $R_f = 0,78 \pm 0,01$.

б) проявляющий реагент № 3 (раствор иодистого кадмия и паранитрофенола) – биоресметрин проявляется в виде темных пятен на бледно-фиолетовом фоне.

Количественное определение биоресметрина в анализируемой пробе проводится визуально по интенсивности окрашивания пятен на хроматограмме и по площади пятен стандартных растворов и проб (измеряемой при помощи миллиметровой бумаги).

Концентрацию биоресметрина в воздухе в мг/м^3 (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{u \cdot V_1}{V_{\text{ко}} \cdot V}, \text{ где}$$

u - количество препарата, найденное в хроматографируемом объеме пробы, мкг

V_1 - общий объем пробы, мл

V - объем пробы, взятый для хроматографирования, мл

$V_{\text{ко}}$ - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л

VI. Требования безопасности

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

VII. Разработчики.

Чола В.Д., Гашкунов А.Б., Холматова М.Х.

Узбекский научно-исследовательский институт санитарии, гигиены и профзаболеваний.

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, фенмедетифама, ленашила, фосфамида и пиразона	77
Дигидгела	89
Диквата	93
Зоокумагина	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, фенилтроексона 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 бутараксоима 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 вирия-диприона на растительных объектах ИФ-методом	325
Временные методические указания по определению остаточных количеств биопрепарата вирия-КШ на растительных объектах иммуно-флюоресцентным методом. .	331