

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

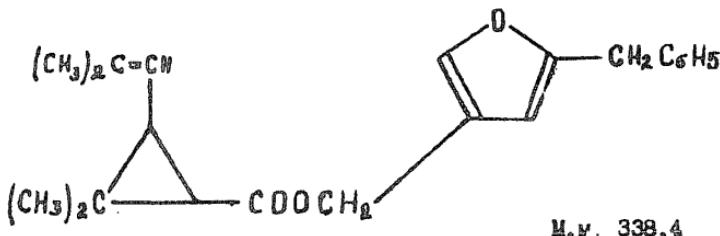
А.И.ЗАМЧЕНКО

" 24 " августа 1983 г.

№ 2853-83.

ВРЕМЕННЫЕ

Методические указания по хроматографическому измерению концентраций биореометрина в воздухе рабочей зоны



М.м. 339,4

Биореасметрин (действующее начало - (+)-цикло-, транс-(2-Бензилфурфурил-4-метил)хлазантемат) - воскоподобное вещество соломенно-желтого цвета, с резким запахом, Т.пл. 43-48°C (при 0,01 мм.рт.ст.), содержит 20-30% цикло- и 80-70% транс-изомера. Практически нерастворим в воде, хорошо растворим в большинстве органических растворителей (в частности в ацетоне, хлороформе, бензоле, 10%-ном этиловом). 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

I. 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 йодистого калция и паранитрофенола.

2. Отбор проб проводится с концентрированием (силикагель)

3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы – I мкг

4. Предел измерения в воздухе – 0,5 мг/м³ (при отборе 2 л воздуха).

5. Диапазон измеряемых концентраций 0,5 – 5,0 мг/м³

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

7. Граница суммарно.. погрешности измерения \pm 16,3%

8. Ориентировочно безопасный уровень воздействия биоресметрина в воздухе рабочей зоны – I мг/м³ (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

Калий 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

Калий йодистый, 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 реагент № 1: 0,25% водный раствор перманганата кальция. Устойчив в течение суток.

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

Проявляющий реагент № 3: растворить 1 г паранитрофенола в 100 мл 5% раствора иодистого 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 течении 1 месяца.

Ш. Приборы и посуда

Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-77

Гофрированные трубы, стеклянные с рабочей длиной 55 мм

Ротационный испаритель ИР-1, ТУ 25-И-917-76

Балла водяная, ТУ 64-1-2850-76

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 10391-74

Пластинки для хроматографии "Силуфол" (ЧССР), размером 150x150мм

ІV. Условия отбора проб воздуха

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

У. Условия анализа

Гофрированные трубы 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 $A_f = 0,35 \pm 0,05$.

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 $A_f = 0,78 \pm 0,01$.

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/м³ (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{W \cdot V}{V_{10} \cdot V}, \text{ где}$$

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

V - общий объем пробы, мл

V - объем пробы, взятый для хроматографирования, мл

V_{10} - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л

УІ. Требования безопасности

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

УІІ. Разработчики.

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

Узбекский научно-исследовательский институт санитарии, гигиении 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 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