

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. Заиченко

" 24 " августа 1983 г.

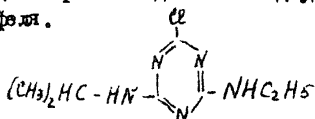
№ 2865-83

Методические указания

по хроматографическому измерению концентраций
компонентов гербицидных смесей агелон и ситрин
в воздухе рабочей зоны.

Агелон представляет собой смесь атразина (33,3%) и прометрина (16,7%). Применяется для борьбы с однолетними злаковыми сорняками в посевах кукурузы и проса.

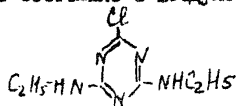
Ситрин - гербицидная смесь симазина (13,6%) и прометрина (36,4%). Применяется для борьбы с однолетними двудольными сорняками в посадках картофеля.



М.м 215,69

Атразин (действующее начало - 2-хлор-4-этиламино-6-изопропил-амино-1,3,5-триазин) - белое кристаллическое вещество, т.пл. 173-175°C. Хорошо растворим в диоксане, ацетоне. Растворимость (г) на 100 г растворителя: в гектане - 0,036; диэтиловом эфире - 1,2; метаноле - 1,8; хлороформе - 5,2. Растворимость в воде 33,0 мг/л.

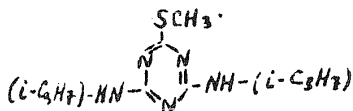
Агрегатное состояние в воздухе - аэрозоль.



М.м. 201,66

Симазин (действующее начало - 2-хлор-4,6-бис-(этиламино)-1,2,3-триазин) - белое кристаллическое вещество, т.пл. 227-228°C.

Растворим в ацетоне, метаноле, хлороформе, диэтиловом эфире. Растворимость в воде 5 мг/л. Упругость пара при 20°C $6,1 \cdot 10^{-8}$ мм. рт.ст. Агрегатное состояние в воздухе - аэрозоль.



И.м. 241,36

Прометрин (действующее начало - 2-метилтио-4,6-бис-(изопропил)амино)-1,3,5-триазин) - белое кристаллическое вещество, т.пл. 118-120°C. Растворим в ацетоне, гексане, гептане. Растворимость в воде 50 мг/л. Упругость пара при 20°C $1 \cdot 10^{-6}$ мм.рт.ст. Агрегатное состояние в воздухе - аэрозоль.

1. Характеристика метода.

1. Определение основано на хроматографическом разделении атразина, прометрина и симазина в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зон локализации веществ путем обработки смесью растворов бромфенолового синего и азотнокислого серебра, а затем раствором лимонной кислоты.

2. Отбор проб проводится с концентрированием (фильтр АФА-ХА).

3. Предел измерения в анализируемом объеме (0,02 мл) пробы - 1 мкг.

4. Предел измерения в воздухе рабочей зоны (при отборе 100 л воздуха) - 0,5 мг/м³, в атмосферном воздухе - 0,01 мг/м³. (Метод может быть использован для определения исследуемых веществ в атмосферном воздухе на уровне 1/2 ПДК. Для этого на пластинку следует нанести не аликвоту, а весь объем исследуемого раствора).

5. Диапазон измеряемых концентраций для каждого вещества - 0,5-2,5 мг/м³.

6. Определению не мешают пропизин и другие сим. триазины.

7. Граница суммарной погрешности измерения $\pm 10\%$.

8. Предельно-допустимая концентрации:

а) в воздухе рабочей зоны: атразина - 2,0 мг/м³, симазина - 2,0 мг/м³, прометрина - 5,0 (ориентировочная);

б) в атмосферном воздухе: атразина и симазина 0,02 мг/м³.

II. Реактивы, растворы, материалы.

Атразин (96%-ный)

Симазин (95%-ный)

Прометрин (98%-ный)

Гексан, "ч", ТУ 6-09-3375-78, перегнанный

Ацетон, "х.ч.", ГОСТ 2603-79, перегнанный

Серебро азотнокислое, "ч.д.а.", ГОСТ 1277-75

Бромфеноловый синий, "ч.д.а.", ТУ 6-09-1068-76

Кислота лимонная, "ч.", ГОСТ 2652-69, 4%-ный раствор (5 мл на одну пластинку)

Фильтры ААА-ХА-20

Подвижная фаза: гексан-ацетон (3:1)

Проявляющий реактив: смесь равных объемов бромформолового синего (0,4%-ного водного раствора) и азотнокислого серебра (2%-ного водного раствора). Реактив готовится перед употреблением (10 мл на одну пластинку)

Стандартные растворы атразина, симазина и прометрина с концентрацией 1 мг/мл готовят растворением 0,01 г вещества в 10 мл ацетона. Растворы устойчивы в течение трех суток.

III. Приборы и посуда.

Аспирационное устройство

Фильтродержатели

Ротационный испаритель ИР-ИМ, ТУ 25-11-917-74

Колба грушевидная для отгонки растворителя, ГОСТ 10894-72

Стакан химический емкостью 100 мл, ГОСТ 10391-72

Колбы мерные, цилиндры, мензурки, ГОСТ 1770-74

Пипетки различной емкости, ГОСТ 20292-74

Пробирки градуированные со шрифтом емкостью 5 мл, ГОСТ 10615-75

Камера хроматографическая стеклянная, ГОСТ 10665-75

Пулверизатор стеклянный, ГОСТ 10391-74

Микрошприц емкостью 10 мкл

Пластины для тонкослойной хроматографии "Силуфол" размером 150х150 мм производства ЧССР

IV. Условия отбора проб воздуха.

Воздух со скоростью 5-6 л/мин аспирируют через аэрозольный фильтр. Для определения 1/2 ЦК отбирают 100 л воздуха.

V. Условия анализа.

Аэрозольный фильтр извлекают из фильтродержателя, помещают в химический стакан и трижды экстрагируют 15 мл смеси гексана с ацетоном (1:1), выдерживая по 3-4 мин. Экстракты сливают в колбу для отгонки растворителя и отгоняют смесь растворителей сначала на ротационном испарителе до объема 0,2-0,3 мл, а затем досуха в токе воздуха. Остаток растворяют в 1 мл ацетона.

Для количественных расчетов готовят смеси атразина и прометрина (при определении атразина) или симазина и прометрина (при определении симазина) с концентрацией каждого компонента 0,1; 0,2;

0,3; 0,4; 0,5 мг/мл (т.н. стандартная шкала). Для этого в градуированные пробирки вносят соответственно по 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5 мл стандартных растворов атразина и прометрина (при определении агелона) или симазина и прометрина (при определении ситрина) и доводят объем раствора до 1 мл ацетоном. На пластинке "Силуфол" на расстоянии 15 мм от нижнего края намечают линии старта. По 10 мкл раствора из каждой пробирки наносят в виде отдельного пятна на линию старта на расстоянии 15 мм друг от друга (место в середине стартовой линии оставляют для исследуемой пробы). Эти пятна соответствуют содержанию 1; 2; 3; 4; 5 мкг каждого компонента смеси. Размер пятен — не более 1 см.

На пластинку со стандартной шкалой наносят 5; 10; 20 мкл полученного раствора пробы. Пластинку помещают в хроматографическую камеру, в которую за 30 мин до хроматографирования наливают подвижную фазу — гексан:ацетон (3:1). Край пластинки должен быть погружен в растворитель не более, чем на 0,5 см. Элизируют пластинку на высоту 10 см, вынимают ее из камеры и подсушивают на воздухе. С помощью пульверизатора пластинку обрабатывают проявляющим реактивом — смесью растворов бромфенолового синего и азотнокислого серебра, а затем раствором лимонной кислоты (для обесцвечивания фона). Атразин и прометрин проявляются в виде голубых пятен на светлом фоне с R_f 0,38. и 0,44 соответственно; симазин — в виде голубых или розовых пятен на светлом фоне с R_f 0,33. Окраска пятен устойчива в течение 10–15 мин.

Количественное определение проводят путем сравнения интенсивности окраски (визуально) и размера (измеряя площадь) пятен пробы и стандартной шкалы.

Концентрацию каждого из веществ в воздухе (X) в мг/м³ вычисляют по формуле:

$$X = \frac{g \cdot S_{\text{шт}} \cdot V_1}{V_{\text{до}} \cdot S_{\text{пр}} \cdot V}, \quad \text{где:}$$

g — количество вещества в стандарте, мкг;
 $S_{\text{шт}}, S_{\text{пр}}$ — площади пятен пробы стандарта соответственно, мм²;
 V_1 — общий объем пробы, мл;
 V — объем пробы, взятый для хроматографирования, мл;
 $V_{\text{до}}$ — объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

У1. Требования безопасности.

Меры предосторожности при работе с препаратами — как с малотоксичными пестицидами.

Соблюдать все необходимые требования безопасности при работе в химических лабораториях.

УИ. Разработчики.

Пиленикова Инна Иосифовна

Оркова Римма Григорьевна

Всероссийский научно-исследовательский технологический институт гербицидов и регуляторов роста растений (НИИТИГ), г.Уфа.

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, сумипидин)	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 паварлана 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 эдिला в воде, растительном масле, семенах подсолнечника, траве	311
Методические указания по определению остаточных количеств пинабеа 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-флуоресцентным методом. .	331

Дополнения

Перечень материалов, необходимых для представления
методик определения остаточных количеств пестицидов
в Госкомиссию по химическим средствам борьбы с
вредителями, болезнями растений и сорняками при
Минсельхозе СССР 338

Единые требования к методам определения содержания
остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах,
кормах и объектах окружающей природной среды . . . 339