

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

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"

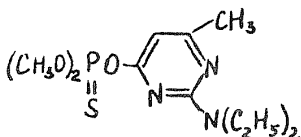
Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР

А.И.ЗАЙЧЕНКО

" 24 " августа 1983 г.

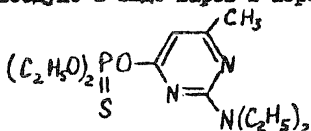
№ 2857-83

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ АКТЕЛЛИКА И
ПРИМИЦИДА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



М. м. 305,4

Актеллик (пиримифос-метил) - действующее начало - 0,0-диметил-0-(2-диэтиламино-6-метилпиримидил-4)-тиофосфат) - жидкость соломенного цвета. Плохо растворим в воде, хорошо растворим в большинстве органических растворителей. Нестоек в кислой и щелочной средах. Давление пара - $1 \cdot 10^{-4}$ мм рт.ст. (30°C). При применении может находиться в воздухе в виде паров и аэрозоля.



М. м. 333,4

Примицид (фернекс) (Пиримифос-этил) - действующее начало - 0,0-диэтил-0-(2-диэтиламино-6-метилпиримидил-4)-тиофосфат) - бесцветная с желтым оттенком маслянистая жидкость, разлагается при 130°C . Растворимость в воде меньше 1 мг/л. Хорошо смешивается с большинством органических растворителей. Быстро разрушается при нагревании с растворами щелочей и минеральных кислот. Давление пара $2,9 \cdot 10^{-4}$ мм рт.ст. (25°C). При применении может находиться в воздухе в виде паров и аэрозоля.

I. Характери тика метода

1. Определение основано на хроматографировании анализируемых соединений в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зон локализации препаратов путем обработки реактивом Драгендорфа.

2. Отбор проб проводится с концентрированием (бумажный фильтр "синяя лента", 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 20 л воздуха).

5. Диапазон измеряемых концентраций-0,2-10 мг/м³.

6. Определения не мешают другие наполнители технического препарата.

7. Граница суммарной погрешности измерения: ±16,4% (примицид), ±14,6% (актеллик).

8. Предельно допустимая концентрация актеллика - 2 мг/м³.

9. ОБУВ примипида-0,2 мг/м³

II. Реактивы ,растворы, материалы

Ацетон, ч., ГОСТ 2603-79

n-Гексан, ч., ТУ-6-09-3375-75

Диэтиловый эфир, х.ч., 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, чд., ГОСТ 3210-77

Силикагель ЛС 5/40_μ + 13% глиса (Chemapol, ЧССР)

Фильтры бумажные безводные "синяя лента" ТУ 6-09-1678-77

Подвижная фаза: гексан-ацетон (4:1)

Проявляющий реактив (раствор Драгендорфа). Готовят раствор А - 1,7 г основного нитрата висмута растворяют в 30 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 I пластинки отбирают I мл подготовленного основного раствора, прибавляют 2 г винной кислоты и

разбавляют 10 мл дистиллированной воды.

Стандартные растворы актеллика и приминида, содержащие 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.

Ш. Приборы и посуда

Электроаспиратор для отбора проб воздуха, ТУ-64-Г-862-77

Фильтродержатели

Склянка для промывания и очистки газов (склянка Дрекселя), ТУ 25-11-1062-75

Ротационный вакуумный испаритель для отгонки растворителей

ИР -1 М, ТУ 25-11-917-74

Водяная баня, ТУ 64-1-425-74

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

Пипетки на 0,1 мл, 1 мл, ГОСТ 1770-74

Цилиндры мерные на 50 мл, ГОСТ 1770-74

Камера хроматографическая, ГОСТ 10565-75

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 10591-74

Пластины стеклянные 90 x 120 мм

Приготовление пластинок: 14 г силикагеля и 1 г гипса смешивают с 40 мл дистиллированной воды, тщательно 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" и для поглощения паров, через Дрексель, содержащий 100 мл смеси ацетон-вода (7:3). Для определения 1/2 ЦДК следует отобрать не более 20 л воздуха. Длительность хранения пробы в холодильнике не более 2-х дней.

У. Условия анализа

Бумажный фильтр, содержащий аэрозоль, из фильтродержателя помещают в коническую колбу и заливают 20 мл ацетона. Экстрагируют пестицид из фильтра в течение 1 часа. Экстракцию повторяют дважды. Объединенный экстракт сушат б/в сульфатом натрия (5-7 г) и сливают в колбу для отгонки растворителя.

Смесь ацетон-вода из поглотителя переносят в делительную воронку, прибавляют 100 мл дистиллированной воды и реэкстрагируют препарат дважды по 20 мл хлороформа. Объединенный хлороформенный экстракт сушат безводным сульфатом натрия (5-7 г) и сливают в колбу для отгонки растворителей. Отгонный растворитель под вакуумом до объема 0,2-0,3 мл при температуре бани не выше 40°C. Подготовленную пробу количественно наносят при помощи капиллярной шплетки 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 (1 мл) порциями диэтилового эфира, который также наносят в центр первого пятна. Справа и слева от пробы наносят стандартные растворы пестицида, содержащие 2, 5 и 10 мкг препарата. Пластинку с нанесенными растворами помещают в хроматографическую камеру, в которую за 30 мин до хроматографирования налито 30 мл смеси гексан-ацетон (4:1). После поднятия фронта 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 Драгендорфа. Препараты проявляются в виде пятен кирпично-красного цвета на желтом фоне. R_f актеллика = $0,44 \pm 0,05$, R_f примипида = $0,54 \pm 0,05$. Окраска устойчива в течение 10-15 мин.

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

Если содержание препарата в пробе превышает верхнюю границу диапазона (10 мкг), то для нанесения на пластинку необходимо брать aliquотную часть экстракта (0,1-0,2 мл) параллельной пробы.

Концентрацию препарата (X) в воздухе в мг/м³ вычисляют по формуле

$$X = \frac{q \cdot V_1}{V_2 \cdot V}, \text{ где:}$$

q - количество препарата, найденное в хроматографируемом объеме пробы, мкг;

V₁ - общий объем пробы, мл;

V - объем пробы, взятый для хроматографирования, мл;

V₂ - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

VI. Требования безопасности

Необходимо соблюдать общепринятые правила техники безопасности при работе с органическими растворителями и токсическими веществами.

VII. Разработчики.

Гиренко Д.Б., Морару Л.Б., Киссенко М.А.
ВНИИПУНТОКС, г.Киев.

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 |
| Бутилдиэптакса | 52 |
| Бутокарбоксима | 59 |
| Гидрела | 63 |
| ГМК-Na | 66 |
| Даконила | 70 |
| Диавинона, эптама, гамма-изомера ГХЦ, феномедидифама, ленашила, фосфамида и пиразона | 77 |
| Дигидрела | 89 |
| Диквата | 93 |
| Зоокумарина | 97 |
| Карбофурана | 100 |
| Крочетона | 104 |
| Менида и 3-хлор-4-метилэнилина | 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, сумицидин) | 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- З и его метаболитов в биоматериале методом газо- жидкостной хроматографии | 252 |
|---|-----|

Азотоудержающие пестициды

| | стр. |
|---|------|
| Методические указания по хроматографическому определению бутораббоксима в почве, воде и растительном материале | 260 |
| Методические указания по определению . . . ИМК-Ма, 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 вирин-КШ на растительных объектах иммуно-флюоресцентным методом | 331 |