

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 "

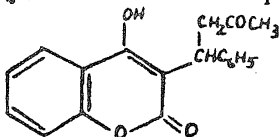
Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР

А. И. Заиченко

" 24 " августа 1983 г

№ 2867-83

Методические указания

по хроматографическому измерению концентраций
зоокумарина в воздухе рабочей зоны(Дополнение к Методическим указаниям на
хроматографическое определение зоокумарина
в воздухе № 2319-81 от 18 марта 1981г)

М.м. 308,23

3-аc-ацетонилбензид/-4-гидроксикумарин

Зоокумарин (варфарин) - белое кристаллическое вещество
с $T_{пл}$ 161°C. Хорошо растворим в ацетоне, диоксане; почти не
растворим в 95% этиловом спирте, эфире. Не растворяется в воде,
бензоле. Малелетуч. В воздухе может находиться в виде аэрозоля.

I. ХАРАКТЕРИСТИКА МЕТОДА

1. Определение основано на хроматографировании зоокумарина в
тонком слое сил.кагеля с последующим обнаружением зоны локали-
зации препарата путём использования реакции взаимодействия с
диазотированной сульфаниловой кислотой.

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

3. Предел измерения в анализируемом объёме пробы - 5 мкг

4. Предел измерения в воздухе - 0,05 мг/м³ (при отборе 100 л воз-
духа)

5. Диапазон измеряемых концентраций - 0,05-0,4 мг/м³

6. Определение не мешают другие гетероциклические соединения

7. Граница суммарной погрешности измерения - ± 13%

8. Предельно допустимая концентрация зоокумарина в воздухе ра-
бочей зоны - 0,1 мг/м³

П. РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ, МАТЕРИАЛЫ

Зоокумарин, 92%

Эфир диэтиловый, х.ч., ГОСТ 6262-79

Ацетон, х.ч., ГОСТ 2603-79

Спирт этиловый, 96%, ТУ 6-09-17-10-77

Бензол, х.ч., ГОСТ 5955-75

Сульфаниловая кислота, ч.д.а., ГОСТ 5821-78

Кали едкое, х.ч., ГОСТ 4203-65

Натрий азотистокислый, ч.д.а., ГОСТ 4197-75

Кислота соляная, х.ч., ГОСТ 3118-77

Натрий углекислый, х.ч., ГОСТ 83-79

Фильтры бумажные "оциная лента", ТУ 6-09-1678-77

Подвижная фаза : бензол-ацетон (2:1)

Проявляющий реактив : раствор 0,1г диазотированной сульфаниловой кислоты в 20 мл 10%-ного раствора углекислого натрия. Реактив готовят непосредственно перед анализом.

Диазотированную сульфаниловую кислоту получают следующим образом. 25г сульфаниловой кислоты растворяют в 125 мл 10%-ного раствора едкого кали. После охлаждения раствора добавляют 100 мл 10%-ного раствора азотистокислого натрия. Затем полученный раствор по каплям прибавляют к охлажденной льдом соляной кислоте (40 мл соляной кислоты уд.в.=1,19 в 20 мл воды) так, чтобы температура раствора не поднималась выше 8°C. Полученную диазотированную сульфаниловую кислоту отфильтровывают, промывают ледяной водой, этиловым спиртом, эфиром и сушат на воздухе. Реактив хранят в темной склянке.

Стандартный раствор зоокумарина в ацетоне концентрации 200 мкг/мл. Готовят растворением соответствующей навески препарата (с учётом действующего начала) в ацетоне в мерной колбе. Стандартный раствор устойчив в течение месяца.

Ш. ПРИБОРЫ И ПОСУДА

Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-77

Фильтродержатели

Чашки фарфоровые диаметром 4-5 см

Микропипетки, ГОСТ 1770-74, ёмкостью 0,1; 0,2 мл с оттянутыми концами

Хроматографические пластинки "Силуфол" (ЧССР), 150x150 мм

Камера для хроматографирования, ГОСТ 10565-75

Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 10391-74

17. УСЛОВИЯ ОТБОРА ПРОБ ВОЗДУХА

Воздух со скоростью 10 л/мин аспирируют через фильтр "синя лента". Для определения 1/2 ПДК необходимо отобрать 100 л воздуха. Срок хранения отобранных проб в сухом и тёмном месте неограничен.

У. УСЛОВИЯ АНАЛИЗА

Фильтр переносят в стаканчик, трижды промывают небольшими порциями ацетона /6-10 мл/. Фильтры отжимают стеклянной палочкой. Раствор сливают в фарфоровую чашку и упаривают на водяной бане при температуре 50°C до объёма 0,1-0,2 мл, который количественно наносят на хроматографическую пластинку. На эту же пластинку наносят 0,025; 0,05; 0,1; 0,2 мл стандартного раствора зоокумарина, что соответствует 5; 10; 20; 40 мкг препарата. Затем пластинку помещают в хроматографическую камеру, в которую за 20 минут до хроматографирования была налита подвижная фаза бензол-ацетон /2:1/. После подъёма фронта подвижной фазы на высоту 10 см пластинку вынимают из камеры, оставляют на воздухе до полного испарения растворителя и затем обрабатывают проявляющим реактивом. При наличии в пробе зоокумарина на пластинке проявятся жёлто-оранжевые пятна с величиной

$$R_f = 0,86 \pm 0,1.$$

Окрашка пятен устойчива в течение 24 часов.

Количественное определение проводят путём измерения площади пятен стандартных растворов и пробы.

Концентрацию зоокумарина в воздухе /X/ в мг/м³ вычисляют по формуле :

$$X = \frac{A \cdot S_{пр}}{\sqrt{20} \cdot S_{ст}}, \text{ где}$$

A - количество препарата, найденное в пробе, мкг;

S_{пр} - площадь пятна пробы, мм²;

S_{ст} - площадь пятна стандарта, мм²;

$\sqrt{20}$ - объём воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

VI. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Соблюдать все требования по технике безопасности при работе в химических лабораториях.

VII. Разработчики.

Зиракишвили Э.В., Татишвили И.Н.

Грузинский НИИ гигиены труда и профзаболеваний им. Н.И.Мачавадзе.

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, ленапсила, фосфамида и пиразона	77
Дигидрела	89
Диквата	93
Зоокумарина	97
Карбофурана	100
Крочетона	104
Менида и 3-хлор-4-метилэцилина	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