

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.

диапазона (10 мкг), то для нанесения на пластинку необходимо брать aliquотную часть экстракта (0,1; 0,2 мл и т.д.) параллельной пробой.

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

$$X = \frac{g \cdot V_1}{V_{20} \cdot V}, \text{ где:}$$

- g - количество препарата, найденное в хроматографируемом объеме пробы, мкг;
- V_1 - общий объем пробы, мл;
- V - объем пробы, взятый для хроматографирования, мл;
- V_{20} - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

VI. Требования безопасности

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

VII. Разработчики.

Гиренко Д.Б., Киссенко М.А., Фокелз С.А.
ВНИИГИНТОКС, г.Киев.

Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР

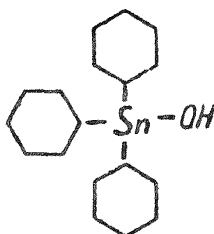
А.И.Зайченко

" 22 " Октября 1981г.

№ 2459-81

Временные

Методические указания по хроматографическому измерению концентраций пликтрана в воздухе рабочей зоны.



М.м. 385,0

Пликтран (циклогексатин, действующее начало - трициклогексиловогогидроксид) - белое кристаллическое вещество;

Т. пл. 245°C, однако при обычных условиях точка плавления равна температуре плавления бис-трициклогексилостанновогооксида, который образуется при 120-137°C. Точка плавления технического продукта (95-96% чистоты) - 195-198°C. Растворимость в 100г растворителя (20°C): хлороформ - 21,6; метанол - 3,7; метиленхлористый - 3,4; четыреххлористый углерод - 2,8; бензол - 1,6; диэтиловый эфир - 0,69; кислота - 0,36; ацетон - 0,13; вода - 0,0001.

Нелетуч, стабилен в нормальных температурных условиях и при температуре до 52°C. Водная суспензия пликтрана стабильна в пределах pH слабкокислой и щелочной. При взаимодействии с сильными кислотами образуется соль. Препаративная форма пликтрана стабильна в течение 2-х лет при хранении в нормальных условиях.

При применении может находиться в воздухе в виде аэрозоля.

I. Характеристика метода.

I. Определение основано на хроматографировании пликтрана в

тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зон локализации препарата путем обработки: а) гексатоксилином, б) пирокатехоловым фиолетовым, в) кверцетином.

2. Отбор проб проводится с концентрированием (фильтры бумажные "синяя лента")
3. Предел измерения в воздухе - $0,016 \mu\text{г}/\text{м}^3$ (при отборе 30л воздуха).
4. Предел измерения в анализируемом объеме - $0,5 \text{мкг}$.
5. Диапазон измеряемых концентраций - $0,016 - 1,0 \text{мг}/\text{м}^3$.
6. Определению не мешают препараты акрекс, кельтан, антио, фосфамид применяемые, как и пликтран, против растительноядных клещей.
7. Граница суммарной погрешности измерения - $\pm 12,2\%$.
8. ОБУВ пликтрана - $0,2 \text{мг}/\text{м}^3$.

II. Реактивы, растворы, материалы.

Пликтран, х.ч.

н-Гексан, хч, ТУ 6-09-3375-78

Уксусная кислота, хч, ГОСТ 61-75

Этиловый спирт, хч, ТУ 6-09-1710-77

Серная кислота, чда, ГОСТ 4204-77, 0,2н водный раствор

Лимонная кислота, хч, ГОСТ 908-79, 0,5% водный раствор

Гематоксилин, хч, имп.

Пирокатехоловый фиолетовый, индикатор, чда, ТУ 6-09-07-1087-78

Кверцетин, хч, (ЧССР)

Пластинки хроматографические "Силуфол" (ЧССР)

Фильтры бумажные беззольные "синяя лента", ТУ 6-09-1678-77

Подвижная фаза: гексан-уксусная кислота (49:10,5)

Проявляющий реактив М1: 0,1% раствор гематоксилина в этиловом спирте. Устойчив в течение 1 недели.

Проявляющий реактив М2: насыщенный раствор пирокатехолового фиолетового в этиловом спирте. Устойчив в течение 1 недели.

Проявляющий реактив М3: 0,1% раствор кверцетина в этиловом спирте. Устойчив в течение 1 недели.

Стандартный раствор пликтрана с содержанием 100мкг действующего вещества в 1мл гексана готовят из хч вещества. Хранят в сухом, прохладном месте не более 1 месяца.

Аспирационное устройство

Фильтродержатели

Прибор для отгонки растворителя, ТУ 25-11-917-74

Колбы конические, ГОСТ 10394-72, на 250мл

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74, на 50, 100мл

Колбы круглодонные, ГОСТ 10394-72, на 100мл

Пипетки, ГОСТ 20292-74, на 1, 5, 10мл

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, на 100мл

Стаканы химические, ГОСТ 10394-72, на 50, 100мл

Воронки лабораторные, ГОСТ 8613-73

Камера для хроматографирования, ГОСТ 1065-66

Камера для опрыскивания

Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 19391-63

Ртутно-кварцевая лампа ПРК-2 или ПРК-4, ТУ 16-535-280-74

Аппарат для встряхивания жидкости в лабораторной посуде,
ТУ 64-1-1081-73

Денситометр БМАН-170, ТУ 64-1-56-73

IV Условия отбора проб воздуха.

Исследуемый воздух со скоростью 3л/мин аспирируют через бу-
мажный фильтр "синяя лента". Для определения 1/2 ОБУВ следует
отобрать не более 30л воздуха.

Пробы хранить не более суток.

V. Условия анализа.

Фильтр переносят в коническую колбу на 250мл и заливают
15-20мл гексана. Экстрагируют пликтран на встряхивателе в тече-
ние 5 минут. Растворитель сливают в колбу прибора для его отгон-
ки. Фильтр дважды промывают небольшими порциями гексана и промыв-
ные жидкости также сливают в колбу прибора для отгонки раство-
рителя. Растворитель выпаривают при температуре 50°C до неболь-
шого объема и экстракт количественно наносят на хроматографичес-
кую пластинку. Затем развивают хроматограмму в системе подвиж-
ных растворителей гексан-уксусная кислота (49:10,5). После окон-
чания хроматографирования пластинку вынимают из камеры и остав-
ляют на несколько минут на воздухе (под вытяжкой) для удаления
следов растворителя. Хроматограммы проявляют одним из нижесле-

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
Бутилдиактаса	52
Бутокарбоксима	59
Гидрела	63
ГМК-Na	66
Даконила	70
Диавинона, эптама, гамма-изомера ГХЦ, феномедифама, ленашила, фосфамида и пиразона	77
Дигидрела	89
Диквата	93
Зоокумарина	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, 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, фенилтрооксона 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
---	-----

Азотосодержащие 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