

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

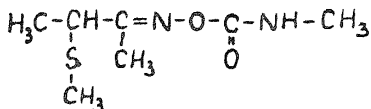
А.И. ЗАИЧЕНКО

" 12 " мая 1983 г.

№ 2808-83

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по хроматографическому измерению концентраций бурокарбосима
в воздухе рабочей зоны



И.м. 190, I

Бурокарбосим (синоним - дравин 755, действующее начало 0- (N-метилкарбамоил)-2-метилглюбутанон-3-оксим)- белое кристаллическое вещество, температура плавления 35-37°C. Растворимость в воде 3%, хорошо растворим в большинстве органических растворителей. Технический продукт- коричневая жидкость или кристаллы, температура плавления 22-28°C.

Агрегатное состояние в воздухе при применении- пары и аэрозоль.

I. Характеристика метода

I. Определение основано на хроматографировании бурокарбосима в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зоны локализации препарата путем обработки раствором марганцевокислого калия или парамаиода.

2. Отбор проб проводится с концентрированием (фильтр "синяя лента", этанол).
3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы—1 мкг.
4. Предел измерения в воздухе—0,25 мг/м³ (при отборе 4 л воздуха).
5. Диапазон измеряемых концентраций —0,25 —5,0 мг/м³.
6. Определению не мешают: ГХЦГ, ДДТ, толуол, бензодин, антио и рогор.
7. Граница суммарной погрешности измерения — $\pm 16,4\%$.
8. Ориентировочно безопасный уровень воздействия бутенакарбонсима в воздухе рабочей зоны—0,5 мг/м³ (рекомендуемый).

П. Реактивы, растворы и материалы

- Бутенакарбонсима, ГОСТ 18300-72
 Хлороформ, чда, ГОСТ 20015-74
 Гексан, ч, ТУ 6-09-3375-78
 Ацетон, хч, ГОСТ 2603-79
 Бензол, хч, ГОСТ 5955-75
 Калий марганцовокислый, хч, ГОСТ 20490-75, 0,3% раствор
 Йод кристаллический, чда, ГОСТ 4150-79
 Натрий сернокислый, б/в, ГОСТ 4166-76
 Фильтр беззолный "синяя лента", ТУ 6-09-1678-77
 Подвижные фазы: 1). гексан-бензол-ацетон (10:1:3); 2). хлороформ-гексан-ацетон (5:4:1).

Стандартный раствор бутенакарбонсима в хлороформе концентрации 100 мкг/мл. 0,01 г бутенакарбонсима хч растворяют в хлороформе в мерной колбе на 100 мл и доводят растворителем до метки. Раствор устойчив 1 месяц при условии хранения в холодильнике.

Ш. Приборы и посуда

- Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-77
 Фильтродержатели
 Поглощительные приборы с пористой пластинкой № 1
 Ротационный испаритель марки ИР-1М, ТУ 25-11-917-76
 Банка водяная, ТУ 64-1-2850-76
 Пипетки, ГОСТ 20292-74, на 1, 2, 5 и 10 мл

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74

Пластинки для хроматографии "Силуфол", размерами 150 x 150 мм

Камера хроматографическая стеклянная, ГОСТ 10565-75

Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 10391-74

Камера с парами иода. На дно эксикатора в чашку Петри помещают 1-2 г кристаллов иода, смачивают водой. Длительность использования 1 месяц.

IV. Условия отбора проб воздуха

Исследуемый воздух со скоростью 1 л/мин аспирируют через последовательно соединенный фильтр "синяя лента" и охлаждаемый поглотительный прибор с пористой пластинкой, заполненный 5 мл этанола. Для определения 1/2 ОБУВ следует отобрать 4 л воздуха. Срок хранения проб 8 дней.

V. Условия анализа

Фильтр помещают в химический стаканчик и заливают 15 мл этанола, хорошо перемешивают стеклянной палочкой, фильтр отжимают и удаляют. Раствор пробы сливают в колбу ротационного испарителя, в которую сливают и этанол из поглотительного прибора. Растворитель отгоняют в вакууме при 30° С почти досуха. Сухой остаток растворяют в 0,3 мл хлороформа, омывая стенки колбы. Раствор пробы количественно наносят на хроматографическую пластинку так, чтобы диаметр пятна не превышал 0,5 см. Справа и слева от пробы наносят 0,01 ; 0,05 0,1 ; 0,2 мл стандартного раствора буткарбонима, что соответствует содержанию 1, 5, 10, 20 мкг препарата.

Пластинку помещают в камеру для хроматографирования, в которую за 20-30 мин до хроматографирования наливают подвижную фазу гексан-бензол-ацетон (10:1:3). После того, как фронт растворителя поднимется на высоту 10 см, пластинку вынимают и оставляют на воздухе до полного испарения растворителей. Затем ее опрыскивают 0,3% раствором марганцовокислого калия и нагревают над

электрической плиткой в течение 1-2 мин. На розовом фоне проявляется желтое пятно бутакарбоксима с $R_f = 0,3 \pm 0,05$.

В качестве альтернативы можно использовать следующие условия хроматографирования и проявления бутакарбоксима : подвижная фаза хлороформ-гексан-ацетон (5:4:1), R_f бутакарбоксима

$0,67 \pm 0,03$; проявляющий реагент : 1). пары мода (бутакарбоксим проявляется в виде желтых пятен на желтоватом розовом фоне) ; 2). в УФ- свете при 254 нм препарат проявляется в виде серых флуоресцирующих пятен на зеленом фоне.

Количественное определение бутакарбоксима проводят путем сравнения интенсивности окраски и измерения площади (с помощью промасленной миллиметровой бумаги) пятен пробы и того стандарта, площадь которого наиболее близка по величине и интенсивности окраски к пятну пробы.

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

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

C - количество препарата в анализируемом объеме пробы, мкг

V_1 - общий объем пробы , мл

V - объем пробы, взятый для анализа, мл

V_{20} - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

VI. Требования безопасности

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

VII. Разработчики.

Ахундова Н.Ш., Чопа В.Д., Кур Д.А., Узбекский НИИ санитарии гигиены и профзаболеваний

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
Бутокарбоксива	59
Гидрела	63
ГМК-Na	66
Даконила	70
Диавинона, эптама, гамма-изомера ГХЦ, феномедидифама, ленапила, 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, 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, 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
-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	-----

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