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 XIУ-я

Москва - 1984

gost.e-ecolog.ru

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. Хохолькова (зам. председателя), В.Е. Кривенчук.

" УТВЕРЖДАЮ "
Заместитель Главного
Государственного санитарного врача СССР
А.И.ЗАЙЧЕНКО
24 августа 1983 г.
№ 2851-83

В Р Е М Е Н Н Ы Е
МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ЭДИЛА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Эмпирическая формула

$(C_6H_8NO_3Cl)_n$ где $n = 2 \div 12$

Гербицид эдил представляет собой 45-50% водный раствор солей 1,1'-диметил-4,4'-дипиридилия. Структура этих солей в настоящее время точно не установлена. Препарат не летуч, хорошо растворим в воде, метаноле, этаноле. Устойчив в кислых и нейтральных растворах, неустойчив в щелочной среде. Выпускается в виде раствора, содержащего 45% действующего вещества. При применении может находиться в воздухе в виде аэрозоля.

I. Характеристика метода

I. Определение основано на фотометрировании окрашенного раствора свободных радикалов, образующихся в результате восстановления действующего вещества эдила гидросульфитом натрия в щелочной среде.

2. Отбор проб воздуха проводится с концентрированием (бумажные обеззоленные фильтры "синяя лента").

3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы - 2,5 мкг.

4. Предел измерения в воздухе (при отборе I00 л воздуха) - 0,025 мг/м^3.

5. Диапазон измеряемых концентраций 0,025 мг/м^3 - 0,20 мг/м^3

6. Определению не мешают хлорорганические и фосфорорганические пестициды.

7. Граница суммарной погрешности измерения-$\pm$ 14,8%.

8. Предельно допустимая концентрация эдила в воздухе не установлена.

П. Реактивы, растворы, материалы

Эдил, 45% раствор

Натрий гидроокись, хч, ГОСТ 4328-77, 1Н водный раствор

Гидросульфит натрия, хч, ГОСТ 246-41

"истиллированная вода, ГОСТ 6702-72

Фильтры бумажные обеззоленные ("синяя лента", "красная лента"), ТУ 6-09-1678-77

Восстанавливающий реактив. Растворяют 1 г гидросульфита натрия в 100 мл 1н раствора гидроокиси натрия. Используют свежеприготовленный раствор в течение 1 часа после приготовления.

Стандартный раствор эдила, содержащий 50 мкг/мл действующего вещества. Готовят растворением 11,1 мг препарата в дистиллированной воде в мерной колбе на 100 мл. Хранят раствор в затемненном месте в холодильнике. Раствор устойчив в течение 2 месяцев.

Ш. Приборы и посуда

Электроаспиратор для отбора проб воздуха, ТУ 64-1-862-77

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56 ПМ.

Посуда лабораторная стеклянная, ГОСТ 1770-74

Колбы конические с пришлифованными пробками, ГОСТ 10394-72, вместимостью 25-50 мл.

Фильтродержатели

IУ. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 5 л/мин протягивают через бумажный обеззоленный фильтр ("синяя лента", диаметр 5-6 см), помещенный в фильтродержатель. Для анализа отбирают 100 л воздуха. Срок хранения отобранных проб - 5 суток.

У. Условия анализа

Фильтр переносят в стакан, приливают 20 мл дистиллированной

воды и оставляют на 10-15 минут. Полученный водный раствор фильтруют через небольшой (диаметр 3 см) бумажный фильтр "красная лента" в коническую колбу с притертой пробкой. Приливают туда 4 мл восстанавливающего реактива, перемешивают и измеряют оптическую плотность окрашенного раствора (голубой) на фотоэлектроколориметре ФЭК-56 ПМ со светофильтром № 8 (красный) в 5-сантиметровых кюветах против раствора, полученного аналогичной обработкой чистого фильтра "синяя лента".

Ввиду нестабильности окраски измерение оптической плотности раствора проводят в течение 3-5 минут.

Содержание эдила в анализируемом объеме воздуха определяют по предварительно построенному градуировочному графику в пределах 2,5-20,0 мкг.

Для построения графика в ряд конических колб с притертой пробкой берут по 10 мл дистиллированной воды, вносят туда по 0,05; 0,10; 0,20; 0,30; 0,40 мл стандартного раствора эдила, что соответствует 2,5; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0 мкг действующего вещества.

Доводят объем в каждой колбе до 20 мл дистиллированной водой, приливают по 4 мл восстанавливающего реактива и измеряют оптическую плотность растворов как описано выше. Градуировочный график строят в координатах "оптическая плотность-количество эдила в 20 мл дистиллированной воды".

Концентрацию эдила в мг/м^3 воздуха (X) вычисляют по формуле

$$X = \frac{C}{V_{20}}, \text{ где:}$$

C - количество эдила, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;

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

VI. Требования безопасности

Необходимо соблюдать требования безопасности, рекомендуемые для работы с ядовитыми веществами.

VII. Разработчики.

Шмигидина А.М., Реза Н.И., ВНИИГИНТОКС, г.Киев

С О 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	I3
Бензоилпропэтила и этилового эфира N-3,4- дихлорфенилаланина	I7
Беномила и БМК	22
Бентазона	30
Биоресметрина	35
Болстара	40
Бронокота	48
Бутилкаптакса	52
Бутокарбоксима	59
Гидрела	63
ГМК-Na	66
Даконила	70
Диазинона, эптама, гамма-изомера ГХЦГ, фенмедедифама, ленацила, фосфамида и пиразона	77
Дигидрела	89
Диквата	93
Зоокумарина	97
Карбофурана	I00
Крочетона	I04
Менида и 3-хлор-4-метиланилина	I08
Метазина и компонентов гербицидной смеси "карагард"	II3
Митака	II8
Офунака	I24
Пиктрана	I28
Ратиндана	I32
Раундана	I38
Ровраля	I43
Розалина	I48
Синтетических пиретроидов (амбуш, децис, рипкорд, сумицидин)	I54
Стомпа	I6I

стр.

Сумилекса 166
Томилона 173
Триморфамида 180
Фекама-трибуфона 186
Фталана 192
Препарата 242 и металлилхлорида (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 218

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, фенитрооксона 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

Азотосодержащие пестициды

стр.

Методические указания по хроматографическому определению буторакбокоима в почве, воде и растительном материале 260

Методические указания по определению ,ІМК-Na, 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 паарлана 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 цинеба в сушеных овощах и плодах фотометрическим методом 317

Биопрепараты

Временные методические указания по определению остаточных количеств препарата вирин-диприона на растительных объектах ИФ-методом 325

Временные методические указания по определению остаточных количеств биопрепарата вирин-КШ на растительных объектах иммуно-флюоресцентным методом. .331

gost.e-ecolog.ru