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"

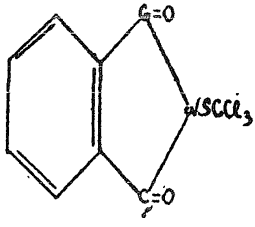
Заместитель Главного Государственного санитарного врача СССР

А.И.ЗАИЧЕНКО

"24" августа 1983 г.

№ 2862-83

Методические указания по фотометрическому и хроматографическому измерению концентраций фталана в воздухе рабочей зоны



М.м.296,56

Фталан (фолпет, действующее начало - N-трихлорметилтиофталимид) - белое, кристаллическое вещество с резким запахом, Т.пл.177°С.

Препарат нерастворим в воде, плохо растворим в большинстве органических растворителей. Хорошо растворяется в этиловом спирте, ацетоне, эфире. Выпускается в виде 50% с.п. Нелетуч, при применении может находиться в воздухе в виде аэрозоля.

I. ХАРАКТЕРИСТИКА МЕТОДА

I.Определение основано на:

а)гидролизе фталана с образованием хлористого водорода, который взаимодействует с азотнокислым серебром с получением взвешенной суспензии хлористого серебра;

б)хроматографировании фталана в тонком слое силикагеля (пластинки "Силуфол") и образовании окрашенных продуктов взаимодействия с проявляющим реагентом - резорцином.

2.Отбор проб проводится с концентрированием (фильтр АФА-ХА-2(

3.Предел измерения в анализируемом объеме пробы ~5 мкг (фотометрический метод), 0,5 мкг (ТСХ).

4.Предел измерения в воздухе ~0 25 мг/м^3.

5.Диапазон измеряемых концентраций ~0,25 - 5 мг/м^3.

6.Определению фотометрическим методом мешает присутствие каптана. Определению методом ТСХ присутствие других производных фтальимида не мешает.

7.Границы суммарной погрешности измерения-$\pm$ I5% (фотометрический метод), $\pm$ I0% (ТСХ).

8.Предельно допустимая концентрация фталана в воздухе рабочей зоны-0,5 мг/м^3.

II. РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ, МАТЕРИАЛЫ:

Фталан, х.ч.

Спирт этиловый, ректиф., ГОСТ 5962-67.

Фильтры АФА-ХА-20.

Стандартный раствор № I фталана, х.ч., в этиловом спирте с содержанием I00 мкг/мл. В случае отсутствия х.ч. вещества стандартный раствор готовят из технического препарата растворением

0,01 г. фталата в этиловом спирте в мерной колбе емкостью 50 мл. (расчет дан для технического препарата, содержащего 50% действующего начала в 100 г. препарата).

Стандартный раствор устойчив в течение 1 месяца.

К фотометрическому методу:

Серебро азотнокислое, х.ч., ГОСТ 1277-75, 1%-й раствор.

Азотная кислота, х.ч., ГОСТ 4461-77, 10%-й раствор.

Дистиллированная вода, дважды перегнанная

К методу ТСХ:

Ацетон перегнанный, ГОСТ 2603-79

Бензол, х.ч., ГОСТ 5955-75

Резорцин, х.ч., ГОСТ 9345-79

Подвижная фаза: бензол - ацетон (16:1)

Проявляющий реактив: 15%-ный раствор резорцина в ацетоне.

Раствор сохраняется в темной склянке в течение 1 месяца

Ш. ПРИБОРЫ И ПОСУДА

Аспирационное устройство.

Фильтродержатели.

Посуда лабораторная стеклянная, ГОСТ 1770-74.

К фотометрическому методу:

Фотоэлектроколориметр, ГОСТ 12083-78.

Пробирки колориметрические плоскодонные с притертыми пробками, бесцветного стекла, высотой 150 мм и внутренним диаметром 15 мм, ГОСТ 10515-75.

Водяная баня.

К методу ТСХ:

Хроматографические пластинки "Силуфол 254" 150 х 150 мм.

Микропипетки, ГОСТ 20292-74Е, емкостью 0,1 мл с оттянутыми концами.

Камера для хроматографирования.

Пульверизаторы стеклянные.

IУ. УСЛОВИЯ ОТБОРА ПРОБ ВОЗДУХА

Воздух со скоростью 10 л/мин. аспирируют через фильтр АФА-ХА--20. Для анализа препарата на уровне 1/2 ПДК необходимо отобрать 120 литров воздуха.

Срок хранения отобранных проб 15 дней в герметичных условиях, при комнатной температуре.

У. УСЛОВИЯ АНАЛИЗА

Фотометрический способ

Фильтр с пробой помещают в химический стакан емкостью 50 мл и обрабатывают 6 мл этилового спирта трижды порциями по 2 мл и оставляют на 5 минут. После каждого промывания жидкость сливают, фильтр отжимают стеклянной палочкой.

Для анализа по 1 мл пробы вносят в колориметрические пробирки, приливают по 4 мл бидистиллята, тщательно перемешивают и на 20 минут помещают в водяную баню, предварительно нагретую до 60°С.

После охлаждения в пробирки вносят по 1 мл 1% раствора азотнокислого серебра и по 1 мл 10% раствора азотной кислоты. Содержимое пробирок тщательно перемешивают и через 15 минут фотометрируют в кювете с толщиной слоя 1 см при длине волны 450 нм.

В качестве раствора сравнения используют контрольный опыт, полученный аналогичной обработкой чистого фильтра. Содержание фталана в анализируемом объеме определяют по предварительно построенному градуировочному графику. Для построения градуировочного графика готовят шкалу стандартов согласно таблице № I

Таблица № I

Шкала стандартов

№ стандарта	Стандартный раствор фталата № I, мл	Этиловый спирт, мл	Содержание фталана, мкг
0	0	I,0	0
I	0,05	0,95	5
2	0,I	0,9	I0
3	0,2	0,8	20
4	0,4	0,6	40
5	0,6	0,4	60
6	0,8	0,2	80
7	I,0	0	I00

Все пробирки шкалы обрабатывают аналогично пробам, измеряют оптическую плотность относительно к контрольному опыту и строят график.

Шкалой стандартов можно пользоваться и для визуального определения. Ее готовят в колориметрических пробирках одновременно с пробами.

Шкала устойчива в течение 2 часов.

Концентрацию фталана в мг/м3 (X) вычисляют по формуле

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

G - количество фталана, найденное 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.

МЕТОД ТСХ

Фильтры с отобранной пробой помещают в химический стакан емкостью 50 мл и обрабатывают 6 мл этилового спирта трижд", порциями по 2 мл и оставляют на 10 минут. После каждого промывания жидкость сливают и фильтр отжимают стеклянной палочкой.

Из общего объема пробы (6 мл.) для анализа берут раствор в количестве 0,1 мл и осторожно наносят на пластинку диаметр пятна не должен превышать 1 см. На эту же пластинку наносят стандартный раствор № 1 в количестве 0,005 мл, 0,01 мл, 0,02 мл, 0,03 мл, 0,04 мл... 0,1 мл., что соответствует 0,5, 1,2,3,4...10 мкг фталана. Пластинку с нанесенными растворами сушат при комнатной температуре и помещают в хроматографическую камеру, на дно которой за 20 минут до хроматографирования наливают подвижный растворитель бензол-ацетон (16:1). После того, как фронт раст-

ворителя поднимается примерно на 10 см, пластинку вынимают из камеры, сушат на воздухе до полного испарения растворителя и опрыскивают 15%-ным раствором резорцина в ацетоне. Пластинку, обработанную проявителем, помещают в сушильный шкаф и выдерживают в течение 10 минут при температуре 110°С. При наличии в пробе фталана на пластинке проявляется желтое пятно, расположенное на одном уровне с уровнем пятен стандартного раствора.

$$R_f = 0{,}80 \pm 0{,}01$$

Окраска пятен устойчива в течение 24 часов. Количественное определение производят путем сравнения площади пятен с тем стандартом, площадь которого наиболее близка по величине к площади пробы. Площадь пятен определяют с помощью миллиметровой бумаги.

Концентрацию фталана (X) в мг/м3 воздуха вычисляют по формуле

$$X = \frac{G \cdot S_{пр} \cdot V_1}{V_{20} \cdot S_{ст} \cdot V}$$, где:

G – количество фталана в стандарте, мкг;

$S_{пр}$ – площадь пятна пробы, мм^2;

$S_{ст}$ – площадь пятна стандарта, мм^2;

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

УI. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Меры предосторожности при работе с фталаном - как со среднетоксичными пестицидами.

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

УII. Разработчики.

М.К.КВАТАДЗЕ

Грузинский НИИ гигиены труда и профзаболеваний.

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