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.

дующих способов:

а) обработка проявляющим реактивом №I, УФ-облучение в течение 5 минут и опрыскивание 0,5% водным раствором лимонной кислоты;

б) УФ-облучение в течение IO минут и обработка проявляющим реактивом №2;

в) Обработка 0,2н раствором серной кислоты, УФ-облучение в течение IO минут и обработка проявляющим реактивом №3.

При наличии пликтрана в пробе, на хроматограмме, обработанной гематоксилином появляются сиреневые пятна на розовом фоне; пирокатехоловым фиолетовым – синие пятна на светлокоричневом фоне; кверцетином – интенсивно-желтые пятна на светлом фоне, с $R_f = 0,76 \pm 0,01$.

Количество вещества в пробе находят по калибровочному графику, отражающему зависимость площади пятна от концентрации пликтрана в пробе ($S мм^2 = f(C)$). Для построения калибровочного графика поступают следующим образом: на ряд пластинок наносят стандартные растворы пликтрана с содержанием 0,5; I; 2.....30мкг вещества. Развивают и обрабатывают хроматограммы, как описано выше. Затем в отраженном свете при помощи денситометра снимают денситограмму площади пятен и строят график зависимости площади пятна от концентрации пликтрана. Линейная зависимость функции $S мм^2 = f(C)$ сохраняется в пределах 0,5 – 30мкг.

Определяя денситометрически площадь исследуемого пятна по графику находят содержание пликтрана в пробе.

Концентрацию пликтрана (X) в воздухе в $мг/м^3$ рассчитывают по формуле

$$X = \frac{g}{V_{20}}$$, где:

g – количество пликтрана в пробе, мкг;

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

УI. Требования безопасности

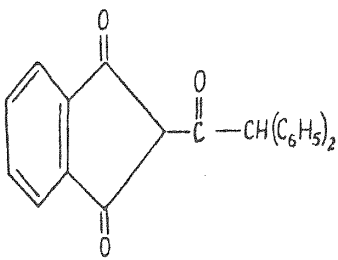
Меры предосторожности при работе с пликтраном – как со среднетоксичными пестицидами. Выполнять требования по технике безопасности при работе в химической лаборатории.

УII. Разработчики.

Бунятян Ю.А., Оганесян Г.О.,
Армянский филиал ВНИИГИНТОКС-а, г. Ереван.

"УТВЕРЖДАЮ"
Заместитель Главного
Государственного врача СССР
А.И.Заиченко
"24" августа 1983 г.
№2853-83

Методические указания
по спектрофотометрическому измерению концентраций
ратиндана в воздухе рабочей зоны



М.м. 340,38

Ратиндан /дифацинон, действующее начало – 2-дифенилацетилиндандион-I,3/ – жёлтый кристаллический порошок без вкуса и запаха с $T_{пл.}$ I45°-I47°С. В воде не растворим, трудно растворим в спирте. Хорошо растворим в ацетоне, диоксане, хлороформе, бензоле. Препарат нелетуч и стабилен во внешней среде, в воздухе находится в виде аэрозоля.

I. Характеристика метода

I.Определение основано на взаимодействии ратиндана с хлорным

железом и измерением оптической плотности образующегося окрашенного в жёлтый цвет продукта реакции в видимой области спектра.

2.Отбор проб проводится с концентрированием /фильтр "синяя лента"/.

3.Предел измерения в анализируемом объёме пробы-I0 мкг.

4.Предел измерения в воздухе-0,05 мг/м^3 /при отборе 335 л воздуха/.

5.Диапазон измеряемых концентраций - 0,05 мг/м^3 - I,I мг/м^3.

6.Определению не мешают метиловый спирт,бензол,а также производные инданционового ряда.

7.Граница суммарной погрешности измерения-±I3%.

8.Предельно допустимая концентрация ратиндана в воздухе 0,I мг/м^3.

II.Реактивы,растворы,материалы

Ратиндан,х.ч.,ГОСТ I906-77 /перекристал./.

Хлорное железо,ГОСТ 4I47-74,3%-ный раствор.

Уксусная кислота,ГОСТ 6I-75,х.ч.,95% /99,5%/.

Ацетон перегнанный, х.ч.,ГОСТ 2603-79

Стандартный раствор ратиндана №I с содержанием I000 мкг/мл готовят растворением I00 мг ратиндана в ацетоне в мерной колбе ёмкостью I00 мл.

Стандартный раствор №2,содержащий 200 мкг/мл ратиндана,готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора №I ацетоном.

Стандартные растворы устойчивы один месяц.

III. Приборы и посуда

Спектрофотометр СФ-I6,спектромо-204,фотоэлектроколориметр-56ПМ.

Аспирационное устройство.

Фильтродержатели.

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

Пробирки колориметрические с пришлифованной пробкой, ГОСТ 1770-64 /1,5:15 см/.

Посуда стеклянная химическая, ГОСТ 1770-74.

IУ. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 15 л/мин аспирируют через беззольный фильтр "синяя лента", помещённый в фильтродержатель. Для определения 1/2 ПДК необходимо отобрать 335 литров воздуха. Срок хранения отобранных проб - один год.

У. Условия анализа

Фильтры с отобранной пробой переносят в химический стакан ёмкостью 50 мл и промывают 5 мл ацетона дважды порциями по 2,5 мл и оставляют на 5 минут. После каждого промывания жидкость сливают и фильтр отжимают стеклянной палочкой.

Пробы в количестве 3 мл вносят в колориметрические пробирки, приливают по 0,2 мл 3%-го раствора хлорного железа и через 5 минут добавляют по 0,1 мл уксусной кислоты /pH=4/. Объём раствора доводят до 5 мл ацетоном, перемешивают и через 10 минут фотометрируют в кюветах с толщиной слоя 1 см при длине волны 420 нм. Контрольным раствором служит смыв с чистого фильтра ацетоном. Содержание ратиндана в анализируемом объёме определяют по предварительно построенному калибровочному графику. Для построения калибровочного графика готовят шкалу стандартов согласно таблице 1.

Шкала стандартов

Таблица I

№№ стандарта	Стандартный раствор ратиндана 200 мкг/мл	Раствор хлорного железа мл	Уксусная кислота мл	..цетон мл	Содержание ратиндана в мкг
I	0	0,2	0,I	4,7	0
2	0,05	0,2	0,I	4,65	I0'
3	0,I	0,2	0,I	4,6	20
4	0,3	0,2	0,I	4,4	60
5	0,5	0,2	0,I	4,2	I00
6	0,7	0,2	0,I	4,0	I40
7	0,9	0,2	0,I	3,8	I80
8	I,I	0,2	0,I	3,6	220

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

Шкала стандартов устойчива в течение 24 часов.

Концентрацию ратиндана в воздухе (X) в мг/м^3 вычисляют по формуле

$$X = \frac{y \cdot V_I}{V \cdot V_{20}},$$

где:

y – количество ратиндана, найденное в анализируемом объёме пробы, мкг;

V_I – общий объём пробы, мл;

V – объём пробы, взятый для анализа, мл;

V_{20} – объём воздуха, отобранный для анализа и приведённый к стандартным условиям, л.

УI. Требования безопасности

Меры предосторожности при работе с ратимданом как сильнотоксичным пестицидам

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

УII. Разработчики

Таталашвили Н.С., Зиракишвили З.В.

НИИ гигиены труда и профзаболеваний им.Н.И.Мачавариани Минздрава Грузинской ССР.

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