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.

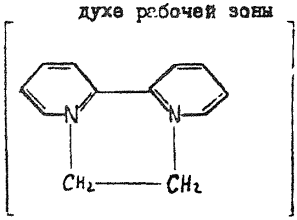
РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ :

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
"22" 10 1981 г.
№ 2462-81

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по фотометрическому измерению концентраций диквата в воздухе рабочей зоны



М. м. 344,0

Дикват (действующее начало – 1,1'-этилен-2,2'-дипиридилий-бромид) – бесцветное до желтого кристаллическое вещество, разлагается при температуре выше 300°С. Растворимость при 20°С 700 г/1 л воды. Вещество незначительно растворимо в спиртах, практически нерастворимо в неполярных органических растворителях. Препарат нелетуч, устойчив в кислых и нейтральных растворах, неустойчив в щелочной среде. Выпускается в виде водного раствора, содержащего 20% 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 восста-

новления диквата гидросульфитом натрия в щелочной среде.

2. Отбор проб проводится с концентрированием (фильтр бумажный "синяя лента").

3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы – 5 мкг.

4. Предел измерения в воздухе-0,025 мг/м^3 (при отборе 250 л воздуха).

5. Диапазон измеряемых концентраций-0,025 мг/м^3 – 0,25 мг/м^3.

6. Определению не мешают хлорорганические и фосфорорганические пестициды.

7. Граница суммарной погрешности измерения-± I9,7%.

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

П. РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ, МАТЕРИАЛЫ

Дикват, х.ч.

Дистиллированная вода

Гидроокись натрия, х.ч., ГОСТ 4328-77, 0,3 н. водный раствор

Гидросульфит натрия, х.ч., ГОСТ 245-76

Метабисульфит натрия, х.ч., ГОСТ I0575-76

Фильтры бумажные обеззоленные ("синяя", "красная лента"), ТУ 6-09-I678-77.

Восстанавливающий реактив. Растворяют 0,2 г. гидросульфита и 0,2 г метабисульфита натрия в I00 мл 0,3 н. раствора гидроокиси натрия. Используют свежеприготовленный раствор – в течение I часа после приготовления.

Стандартный раствор диквата, содержащий I00 мкг/мл действующего начала, готовят растворением соответствующей навески препарата в воде в мерной колбе на I00 мл. Хранят раствор в затемненном месте в холодильнике. Раствор устойчив в течение 2 месяцев.

Ш. ПРИБОРЫ И ПОСУДА

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56 ПМ

Аспирационное устройство

Фильтродержатели

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТу I770-74.

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

IУ. УСЛОВИЯ ОТБОРА ПРОБ ВОЗДУХА

Воздух со скоростью 10 л/мин. протягивают через бумажный фильтр ("синяя лента"), укрепленный в фильтродержателе. Для определения 1/4 предельно допустимой концентрации следует отобрать 250 л воздуха. Срок хранения отобранных проб - 5 суток.

У. УСЛОВИЯ АНАЛИЗА

Фильтр переносят в стакан, приливают 20,5 мл дистиллированной воды и оставляют на 5-10 мин. для извлечения диквата. Полученный раствор фильтруют через небольшой бумажный фильтр ("красная лента") в коническую колбу с пришлифованной пробкой, прибавляют 4 мл восстанавливающего реактива, перемешивают и измеряют оптическую плотность окрашенного раствора (зеленоватожелтый цвет) на фотоэлектроколориметре ФЭК-56 ПМ со светофильтром № 3 в 5-ти сантиметровых кюветах против раствора, полученного аналогичной обработкой чистого фильтра, с добавлением восстанавливающего реактива.

Содержание диквата в анализируемом объеме воздуха определяют по предварительно построенному калибровочному графику в пределах 5-100 мкг.

Для построения графика в ряд конических колб с притертой пробкой берут по 10 мл дистиллированной воды, вносят туда по 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 мл стандартного раствора, что соответствует содержанию 5, 10, 25, 50, 75, 100 мкг диквата, объем раствора доводят до 20 мл, приливают по 4 мл восстанавливающего реактива и поступают, как описано выше. Калибровочный график строят в координатах "оптическая плотность - количество диквата в 20 мл дистиллированной воды".

Концентрацию дихвата в воздухе рабочей зоны в мг/м^3 вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G}{V_{20}}$$, где:

G -количество дихвата, найденное в анализируемом объеме пробы мкг;

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

УI. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При работе с дихватом требуется соблюдать меры предосторожности, предусмотренные инструкцией по технике безопасности при работе с ядохимикатами. Необходимо соблюдать обычные правила безопасности при работе с электронагревательными приборами и электроизмерительными приборами.

УII. Разработчики.

РЕВА Н.И., МАКОВСКИЙ В.Н.
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