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.

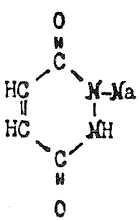
Методические указания согласованы и одобрены отделом перспективного планирования санэпидслужбы ИМПиТМ им. Марциновского Е.И. и лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

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.
№ 2849-83

Временные методические указания
по фотометрическому измерению концентраций ГМК-Na
в воздухе рабочей зоны



$C_4H_3O_2N_2Na$ М.м. 134

ГМК-Na (действующее начало – гидразид малеиновой кислоты, 3-оксипиридазон-6) – белое кристаллическое вещество с т.пл. 300-310°С (с разложением). Препарат ГМК-Na хорошо растворяется в воде. Препарат практически нелетуч. Применяется в виде 40-80% водных растворов. При применении может находиться в воздухе в виде аэрозоля.

I. Характеристика метода

1. Определение основано на щелочном гидролизе препарата до гидразина, перегонке последнего с водяным паром, колориметрической реакции с п-диметиламинобензальдегидом и фотометрировании продукта реакции при длине волны 455нм.
2. Отбор проб проводится с концентрированием (аэрозольный фильтр АФА-ХА-20).
3. Предел измерения в воздухе - 0,15мг/м^3 (при отборе 20л воздуха).
4. Предел измерения в анализируемом объеме (40мл) – 3мкг.
5. Диапазон измеряемых концентраций 0,15 – 5,0мг/м^3

6. Определению ГМК-Na мешают вещества, дающие цветную реакцию с п-диметиламинобензальдегидом - высшие спирты, первичные амины, препараты дающие при щелочном гидролизе летучие амины (гидрел, дигидрел, ДЯК и др.).
7. Граница суммарной погрешности измерения ±16,8%, среднее значение определения стандартных количеств препарата ($\bar{C}$) при n=5 - 79%; стандартное отклонение ($\bar{S}$) - 3,1%; доверительный интервал среднего при p=0,95 и n=5 - ±3,85%; относительное стандартное отклонение (S_r) - 3,92%.
8. ОБУВ и ПДК ГМК-Na не установлены.

П. Реактивы, растворы, материалы

ГМК-Na, хч
Натрий едкий, хч, ГОСТ 4328-77
Серная кислота, хч, ГОСТ 4204-77, 3н водный раствор
Цинковая пыль
п-Диметиламинобензальдегид, чда, ТУ6-09-7272-77, 4%-ный раствор в 3н серной кислоте, готовят непосредственно перед употреблением
Стандартный раствор ГМК-Na с содержанием 100мкг/мл готовят из хч вещества растворением в воде. Раствор устойчив в течение месяца при хранении в холодильнике.
Фильтры аэрозольные АФА-ХА-20.

Ш. Приборы и посуда

Спектрофотометр
Аспирационное устройство, ТУ64-1-862-77
Фильтродержатели
Колбы мерные со шлифом на 100мл, ГОСТ 1770-74
Стаканы химические на 50 и 100мл, ГОСТ 10394-72
Колба круглодонная КШ-1000-29/32 ТС, ГОСТ 10394-72
Холодильник шариковый ХШ6, ГОСТ 9499-70
Колба-парообразователь Кн-2000-50 ТС, ГОСТ 10394-72
Соединительные трубки полихлорвиниловые
Каплеуловитель К060ТС, ГОСТ 10359-75
Насадка от склянки СН2-50, ГОСТ 10378-73
Керн КИОКШ 14/23, ГОСТ 9425-71
Мензурки 50, ГОСТ 1770-74

[illegible] лабораторный, ТУ 64-1-707-76
Пипетки на 0,1, 0,2, 10мл, ГОСТ 20292-74
Плиты электрические с закрытой спиралью

IУ. Условия отбора проб воздуха

Исследуемый воздух со скоростью 5л/мин аспирируют через фильт АФА-ХА-20. Для чувствительного определения препарата необходимо отобрать 20л.

У. Условия анализа

В 1л дистилляционную колбу помещают 25г едкого натра, 15г цинковой пыли, фильтры и закрывают насадкой. Колбу помещают над плитой, покрывают стеклотканью или асбестом и посредством соединительных трубок присоединяют к парообразователю с каплеуловителем с одной стороны и к холодильнику с другой. Конец холодильника опущен в приемник с реактивом. В приемник наливают 5мл 4%-ного раствора диметиламинобензальдегида в 3н серной кислоте. Отгонку проводят со скоростью 1 капля в 1-2 сек и продолжают до тех пор, пока объем жидкости в приемнике будет равен 40мл. Через 15 минут после отгонки раствор фотометрируют на спектрофотометре при длине волны 455нм против холостого опыта. Содержание ГМК-Na определяют по предварительно построенному калибровочному графику. Для построения калибровочного графика готовят шкалу стандартов (табл. 1) аналогично пробам, т.е. в колбу для дистилляции вносят фильтры с нанесенными на них определенными количествами стандартного раствора ГМК-Na, добавляют 25г едкого натра, 15г цинковой пыли, а в приемник наливают 5мл 4%-ного раствора п-диметиламинобензальдегида в 3н серной кислоте. Собирают 40мл дистиллята.

Таблица 1.

Шкала стандартов для построения калибровочной кривой

№ пп	1	2	3	4	5	6	7
К-во стандартного р-ра ГМК-Na 100мкг/мл, мл	0,03	0,1	0,2	0,4	0,5	0,7	1
Содержание ГМК-Na, мкг	3	10	20	40	50	70	100
К-во дистиллята, мл	40	40	40	40	40	40	40
Концентрация ГМК-Na, мкг/мл	0,075	0,25	0,5	1	1,25	1,75	2,5

Измеряют оптическую плотность окрашенных в розовый цвет растворов и строят график, откладывая по оси абсцисс концентрации ГМК-Na

в мкг/мл, а по оси ординат значения оптической плотности.

Концентрацию ГМК-Na в воздухе (X) в мг/м^3 рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{C \cdot V}{V_{20}}$$, где

C - концентрация ГМК-Na в дистилляте, найденная по графику, мкг/мл;
V - объем дистиллята, мл;
V_{20} - объем отобранного воздуха, приведенный к стандартным условиям, л.

VI. Требования безопасности

Необходимо соблюдать правила предосторожности при работе с ядовитыми веществами и щелочами.

VII. Разработчики.

Бунятян Э.А., Петросян М.С., Армянский филиал ВНИИГИНТОКС-а, г. Ереван;
Блиновский И.К., ТСХА, г. Москва.

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