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.

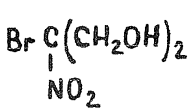
"УТВЕРЖДАЮ"
Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР

_____ А.И.ЗАИЧЕНКО

"24" августа 1983 г.

№2859-83

Методические указания
по фотометрическому измерению концентраций
бронокота в воздухе рабочей зоны.



М.м. 199,9

Бронокот (синоним- бронокол, действующее начало 2-бром-2-нитропропандиол-I,3)-белое кристаллическое вещество, Т.пл. 130°С, технический продукт- темно-розового цвета. Хорошо растворяется в этиловом спирте, хлороформе, ацетоне. Агрегатное состояние в воздухе- пары и аэрозоль.

I. Характеристика метода.

I. Определение основано на разложении бронокота щелочью с последующим определением нитрит-иона с реактивом Грисса-Илосвая.

2. Отбор проб проводится с концентрированием (фильтры АФА-ВП18 или АФА-ВП20, силикагель АСМ-2).

3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы - 4 мкг.

4. Предел измерения в воздухе-0,45 мг/м^3(при отборе 80 л воздуха).

5. Диапазон измеряемых концентраций-0,45-4,5 мг/м^3

6. Определению мешают окислы азота.

7. Граница суммарной погрешности измерения-± 18%

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

II. Реактивы, растворы, материалы.

Дистиллированная вода

Спирт этиловый, 96%, ТУ 6-09-17-10-77

Ацетон,х.ч, ГОСТ 2603-79
Калия едкое,х.ч, ГОСТ 4203-65, 3% раствор
Калия едкое, х.ч, ГОСТ 4203-65, 1% раствор
Кислота серная,х.ч, ГОСТ 4204-77, 20% раствор
Кислота уксусная,х.ч, ГОСТ 18290-72, 10% раствор
Кислота сульфаниловая, ч.д.а, ГОСТ 5821-78
Фильтры АФА-ВН-18 или АФА-ВН-20
Кислота соляная,х.ч, ГОСТ 3118-77
Нафталин,ч.д.а.,ТУ МХП 1571-47
Натрий азотистокислый,ч.д.а.,ГОСТ 4197-75

Силикагель марки АСМ. Силикагель марки АСМ с величиной зерен 0,5-0,8 мм,обработанный разбавленной соляной кислотой в отношении 1:1 при нагревании в течении 3-4 часов. Промывают его водой до удаления иона хлора по реакции с азотнокислым серебром. Промытый силикагель сушат при температуре 105-110°С и затем 30 минут активируют при 200°С, хранят в склянках с притертой пробкой.

Реактив Грисса-Илосвая, перед анализом смешивают растворы а и б:

а-0,5 г. сульфаниловой кислоты в 150 мл 10% уксусной кислоты.

б-0,1 г нафталина, кипятят в 20 мл воды в течении 3-х минут, бесцветную надосадочную жидкость сливают в цилиндр и доводят до 150 мл 10% уксусной кислоты. Растворы а и б хранят в темной склянке.

Стандартный раствор азотистокислого натрия,содержащий 100 мкг/мл; готовят растворением 15 мг азотистокислого натрия в 100 мл воды. Соответствующим разбавлением в 10 раз получают стандартный раствор содержащий 10 мкг/мл нитрит-иона.

III. Приборы и посуда

Фотоэлектроколориметр ФЭК-М-57
Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-77
Фильтродержатели
Поглотительный приборы "Яворовской"
Чашки фарфоровые
Пипетки, ГОСТ 20292-74, на 1,5 и 10 мл с ценой деления на 0,01;0,05 и 0,1 мл

Колориметрические пробирки, плоскодонные из бесцветного стекла. Колбы конические с притертыми пробками, емкостью 100 мл.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 50 и 100 мл.

Баня водяная, ТУ 64-1-2850-76

IУ. Условия отбора проб воздуха.

Воздух со скоростью 5 л/мин, аспирируют через последовательно соединенные фильтры АФА-В-18 или АФА-В-20 и поглотительный прибор Яворовской с силикагелем марки АСМ- 2 гр.

Для определения 1/2 ПДК следует отобрать 80 л воздуха.

У. Условия анализа.

Силикагель из поглотительного прибора переносят в пробирку с притертой пробкой, прибавляют 10 мл этанола и взбалтывают в течение 10 минут. Фильтр АФА переносят в колбу емкостью 100 мл с притертой пробкой, растворяют его в 40 мл ацетона, прибавляют 5 мл прозрачного этанольного раствора из пробирки. На анализ берут 5 мл раствора в фарфоровую чашку, прибавляют 3 мл 3% раствора едкого калия и выпаривают на водяной бане.

Сухой остаток растворяют в 5 мл дистиллированной воды, переносят в пробирку, прибавляют 0,3 мл 20% серной кислоты и 1 мл реактива Грисса-Илосвая. Взбалтывают после прибавления каждого реактива, через 30 минут фотометрируют на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром, в кювете с толщиной слоя 10 мм. Параллельно с анализом проб строят калибровочный график, для построения которого готовят шкалу стандартов согласно таблице 1.

Таблица 1.

Шкала стандартов

№ стандартов	0	1	2	3	4	5	6
Стандартный раствор нитрита натрия 10 мкг/мл, мл	0,0	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0
1% раствор едкого калия, мл	5,0	4,9	4,8	4,6	4,4	4,2	4,0
20% р-р серной кислоты, мл	по 0,3 мл в каждую пробирку						
Р-р Грисса-Илосвая, мл	по 0,1 мл в каждую пробирку						
Содержание нитрит-иона; мкг	0,0	1,0	2,0	4,0	6,0	8,0	10,0
Содержание бронокота, мкг согласно коэффицента пересчета 4,35	0,0	4,35	8,7	7,4	6,16	34,8	43,5

Шкала устойчива в течение 10 часов.

Количество препарата в пробе определяют путем сравнения окраски пробы с окрашиванием в шкале стандартов при визуальном определении или при помощи фотоэлектроколориметра по калибровочному графику. Концентрацию бронокота в мг/м^3 воздуха (X) вычисляют по формуле:

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

G- количество вещества, 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.

VI. Требования к безопасности

Соблюдать общие правила по технике безопасности при работе с легковоспламеняющимися летучими жидкостями.

VII. Разработчики.

А.Н. Холматов, А.И. Соловьева, УзНИИ санитарии, гигиены 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