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"

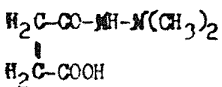
Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР

_____ А.И.Заиченко

"24" августа 1983 г.

№2855-83

Временные
Методические указания
по фотометрическому измерению концентраций алара в воздухе рабочей зоны.



М.м. I60,2

Алар (даминозид, действующее начало- N,N-диметилгидразид янтарной кислоты) - белое кристаллическое вещество, Т.пл. I54-I56°С. Растворимость в воде: I0мг/л. Хорошо растворим в большинстве органических растворителей, плохо растворим в алифатических углеводородах. Практически нелетуч. Агрегатное состояние в воздухе при применении - аэрозоль.

I, Характеристика метода

I. Определение основано на взаимодействии образующегося при щелочном гидролизе алара несимметричного диметилгидразина с пентацианоаминоферратом натрия и фотометрировании окрашенных в розовый цвет растворов продукта взаимодействия.
2. Отбор проб проводится с концентрированием (фильтр "синяя лента")
3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы -20мкг
4. Предел измерения в воздухе-0,8мг/м^3 (при отборе 25л воздуха).
5. Диапазон измеряемых концентраций - 0,8-2,0мг/м^3.
6. Определению мешают иные регуляторы роста (гидрел, дигидрел, ГМК), являющиеся, как и алар, гидразиниевыми солями.
7. Граница суммарной погрешности измерения- ± I5%.
8. Ориентировочно безопасный уровень воздействия алара в воздухе

рабочей зоны-I,7мг/м^3.

II. Реактивы, растворы, материалы

Алар, хч
Натр едкий, хч, ГОСТ 4328-77, 50%-ный водный раствор
Цинк гранулированный, чда, ГОСТ 989-75
Титан треххлористый, чда, ГОСТ 311-78, I5%-ный раствор
Парафин, ч, ТУ6-09-3637-74
Лимонная кислота, хч, ГОСТ 3652-69, 2%-ный водный раствор
Этиловый спирт, хч, ТУ6-09-1710-77, 96%.
Фенолфталеин, чда, ГОСТ 5850-77, 0,01%-ный раствор в этиловом спирте
Натрий нитропруссид, чда, ГОСТ 4218-77
Аммиак водный, чда, ГОСТ 3760-79, 25%-ный раствор
Фильтры бумажные "синяя лента", ТУ 6-09-1678-77
Пентацианоаминоферроат натрия, 0,I%-ный водный раствор:
I. Получение реактива: 5-I0г нитропруссида натрия растирают в ступке, добавляют 20-40мл 25% раствора аммиака и оставляют в холодильнике на 5-6 часов. Затем к смеси приливают 20-40мл этилового спирта. Образующийся пентацианоаминоферроат натрия отмывают на воронке от избытка аммиака этиловым спиртом (осадок высыхать не должен). Промытое вещество переносят в темную склянку, заливают спиртом и хранят в холодильнике (не более трех месяцев); 2. Приготовление 0,I%-ного водного раствора. Для приготовления 0,I% раствора пентацианоаминоферроата натрия необходимое количество его отжимают между слоями фильтровальной бумаги, взвешивают и растворяют в воде. Раствор пригоден в течение суток.
Стандартный раствор алара концентрации 25мкг/мл, готовят растворением хч вещества в воде. Раствор устойчив в течение 3 месяцев.

III. Приборы и посуда

Спектрофотометр СФ-26
Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-77
Фильтродержатели
Колбы круглодонные, ГОСТ I0394-72 на I л
Холодильники типа ХПТ-КШ 400 I4/23-I4/23, ГОСТ 9499-7
Изгиб И $\leq$ I05^{0}КМ КШ I4/23-I4/23, ГОСТ 9425-7I

Каплеуловитель типа КОТ60, ГОСТ I0359-75
Фарфоровая ступка с пестиком, ГОСТ 9147-73
Воронки, ГОСТ 8613-75
Мензурки, ГОСТ 1770-74, на 100мл
Пипетки, ГОСТ 20292-74, на 0,1мл

IУ. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 5л/мин аспирируют через бумажный фильтр "синяя лента". Для определения 1/2 ОБУВ достаточно отобрать 25л воздуха.

У. Условия анализа.

Фильтры переносят в литровую колбу установки для дистилляции, приливают 250мл 50%-ного раствора едкого натра, 6,3мл 15%-ного раствора титана треххлористого, добавляют 1г гранулированного цинка и 7г парафина, присоединяют каплеуловитель, холодильник и изгиб. Приемником служит мензурка на 100мл, в которую наливают 10мл 2%-ной лимонной кислоты, добавляют 1-2 капли фенолфталеина. Изгиб опускают в мензурку так, чтобы конец его был погружен в раствор лимонной кислоты. Нагревают содержимое колбы, собирают 60мл дистиллята. Если в ходе перегонки дистиллят розовеет, то окраску устраняют добавлением раствора лимонной кислоты. После отгонки, pH дистиллята доводят до "5" с помощью лимонной кислоты и добавляют 5мл 0,1%-ного раствора пентацианоаминоферроата натрия. Окраска растворов стабилизируется по истечении 3-х часов при комнатной температуре, поэтому фотометрирование проб и членов шкалы проводят через 3 часа после прибавления раствора пентацианоаминоферроата натрия. Фотометрируют в кюветах с толщиной слоя 1см при длине волны 600нм по сравнению с контролем, который готовят одновременно и аналогично пробам. Содержание алара определяют по предварительно построенному калибровочному графику. Для построения калибровочного графика готовят шкалу стандартов (табл. 1) аналогично пробам, т.е. в колбу для дистилляции добавляют определенный объем стандартного раствора алара, 250мл 50%-ного раствора едкого натра, 6,3мл 15%-ного раствора титана треххлористого, 1г гранулированного цинка и 7г парафина, а в приемник наливают 10мл 2%-ной лимонной кислоты и 1-2 капли фенолфталеина. Собирают 80мл дистиллята.

Таблица I.

Шкала стандартов для построения калибровочной кривой

№№ пп	: I	: 2	: 3	: 4	: 5	: 6
К-во стандартного раствора алара (25мкг/мл), мл	0,8	I,0	I,2	I,4	I,6	2,0
Содержание алара, мкг	20	25	30	35	40	50
К-во дистиллята, мл	80	80	80	80	80	80
Концентрация алара, мкг/мл	0,25	0,3I25	0,375	0,4375	0,5	0,625

Измеряют оптическую плотность окрашенных в розовый цвет растворов и строят график, откладывая по оси абсцисс концентрации алара в мкг/мл, а по оси ординат значения оптической плотности.

Концентрацию алара в воздухе (X) в мг/м^3 рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{C \cdot V}{V_{20}}$$, где

C – концентрация алара в дистилляте, найденная по графику, мкг/мл;

V – объем дистиллята, мл;

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

УI. Требования безопасности

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

УII. Разработчики.

Бунятян Д.А., Мурадян А.Г., Армянский филиал ВНИИГИГТОКС-а, г. Ереван.

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