ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ
ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ,
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

Часть 17-я

Данные методики апробированы и рекомендованы в качестве официальных Группой экспертов при Госкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками

Москва — 1988

gost.e-ecolog.ru

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ
ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ, БОЛЕЗНЯМИ
РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ
В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

Часть 17-я

Данные методики апробированы и рекомендованы в качестве официальных Группой экспертов при Госкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками

Москва - 1988г.

Настоящие методические указания предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и научно-исследовательских учреждений Минздрава СССР, а также ветеринарных, агрохимических, контрольно-токсикологических лабораторий Агропрома 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 Госагропрома СССР

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

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

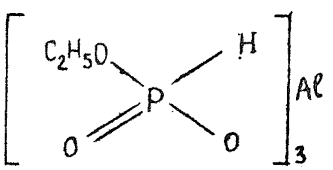
Л.Г.Александрова, Д.Б.Гиренко, А.А.Калинина (зам.председатель), М.А.Клисенко (председатель), Г.И.Короткова, М.В.Письменная, Г.А.Хохолькова, В.Е.Кривенчук.

"УТВЕРЖДАЮ"

Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР
А.И.ЗАИЧЕНКО
" 22 " мая 1985 г.
№ 3881-85

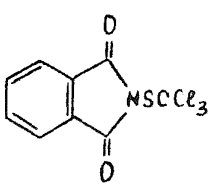
ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ И ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ МИКАЛА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Микал- фунгицид, содержащий 2 действующих вещества: 50% фозетила Al и 25% фталана.
В воздухе может находиться в виде аэрозоля.



М.м. 354,0

Фозетил Al - этилфосфит алюминия. Температура плавления 200°С с разложением. Растворимость в воде 120 г/л при 20°С, в метиленгликоле- 80 мг/л.



М.м. 296,56

Фталан - N-трихлорметилтиофталимид. Температура плавления 177°С. Нерастворим в воде, растворим в спирте, ацетоне, бензоле, диэтиловом эфире.

А. Фотометрический метод

I. Характеристика метода

I. Определение основано на разрушении фонетил АI до фосфорной кислоты и фотометрическом определении последней по синему фосфорно-молибденовому комплексу.

2. Отбор пробы проводится с концентрированием /фильтр АФА-ХА-20/.

3. Предел измерения 3,2 мкг микала в анализируемом объёме пробы.

4. Предел измерения микала в воздухе 0,25 мг/м^3 /при отборе 76 л воздуха/.

5. Диапазон измеряемых концентраций 0,25 мг/м^3 - 2,5 мг/м^3.

6. Граница суммарной погрешности измерений ± 20%.

7. Определению мешает присутствие других фосфор- и мышьяксодержащих соединений.

8. Рекомендуемая предельно допустимая концентрация микала в воздухе 0,5 мг/м^3.

II. Реактивы, растворы, материалы

Калий, фосфорнокислый, двузамещённый, ГОСТ 2493-75

Основной раствор, содержащий 100 мкг/мл фосфора, готовят растворением 0,056 г гидрофосфата калия в дистиллированной воде, в мерной колбе ёмкостью 100 мл.

Стандартный раствор №2, содержащий 10 мкг/мл фосфора, готовят разбавлением основного раствора в 10 раз дистиллированной водой.

Стандартные растворы устойчивы в течении 1 месяца.

Серная кислота, ГОСТ 4204-77, ч.д.а.

Аммоний молибденовокислый, ГОСТ 3765-78.

18,8 г молибдата аммония вносят в мерную колбу ёмкостью 250 мл

доливают до половины водой и взбалтывают до полного растворения. Затем постепенно приливают 80 мл 10 % раствора серной кислоты и доводят объём раствора до метки дистиллированной водой.

Аскорбиновая кислота, ГОСТ 4815-76, 1%-ый водный раствор.

Персульфат аммония, ГОСТ 20478-75, 0,25 М раствор.

Мочевина, ГОСТ 6691-77, 0,25М водный раствор.

Дистиллированная вода.

Фильтры АФА-ХА-20.

III. Приборы и посуда

Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-77

Фильтродержатели.

Пробирки стеклянные, колориметрические, ёмкостью 15 мл, ГОСТ 1770-74

Пипетки стеклянные, ёмкостью 0,1; 1,0; 2,5 мл, ГОСТ 20292-74

Химические стаканы ёмкостью 50 мл, мерные колбы ёмкостью 100 мл, 250 мл, ГОСТ 1770-74.

Баня водяная., ТУ 64-1-2850-76

Спектрофотометр.

IV. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 10 л/мин аспирируют через фильтр АФА-ХА-20.

Для определения 1/2 ПДК достаточно отобрать 76 л воздуха.

Срок хранения отобранных проб 10 дней в хорошо закупоренной таре при комнатной температуре /20°С/.

У. Условия анализа

Фильтр с отобранной пробой помещают в химический стакан ёмкостью 50 мл и обрабатывают 5 мл дистиллированной водой дважды, порциями по 2,5 мл. После каждого промывания жидкость сливают, фильтр отжимают стеклянной палочкой.

Для анализа отбирают I или 5 мл пробы в колориметрические пробирки, прибавляют по 2 мл 0,25М раствора персульфата аммония и нагревают на кипящей водяной бане в течение I0 минут. После охлаждения пробирок, к раствору прибавляют по 2 мл 0,25М раствора мочевины и помещают в водяную баню на 5-7 минут. После охлаждения пробирок, к раствору прибавляют по 0,I мл раствора молибдата аммония, через I0 минут - по 0,I мл I%-го раствора аскорбиновой кислоты. Через 60 минут измеряют оптическую плотность растворов в кювете с толщиной слоя I см при длине волны 680 нм по отношению к контролю, который готовят одновременно с пробами путём аналогичной обработке чистого фильтра. Содержание фосфора в пробе определяют по предварительно построенному градуировочному графику. Для построения градуировочного графика готовят шкалу стандартов согласно таблице №I. Все пробирки шкалы обрабатывают аналогично пробам, измеряют оптическую плотность по контрольному опыту и строят график. Шкала стандартов устойчива в течение 2-х часов.

Таблица I

Шкала стандартов

Номер стандарта	Стандартный раствор №2, мл	Дистиллированная вода, мл	Содержание фосфора, мкг
I	0	5,0	0
2	0,05	4,95	0,5
3	0,I	4,90	I
4	0,2	4,8	2
5	0,4	4,6	4
6	0,6	4,4	6
7	0,8	4,2	8
8	I,0	4,0	I0

Концентрация микала в воздухе /X/ мг/м^3 вычисляют по формуле:

$$X=\frac{G \cdot V_I \cdot K}{V \cdot V_{20}}$$

где G - количество фосфора, найденное в анализируемом объёме пробы, мкг;

V_I - общий объём пробы, мл;

K - коэффициент пересчёта фосфора на микал; равный 7,6

V - объём пробы, взятый для анализа, мл;

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

Б. Метод тонкослойной хроматографии

I. Характеристика метода

I. Определение препарата "микал" основано на идентификации и количественном определении фталана, входящего в его состав, путем хроматографирования в тонком слое силикагеля и последующего обнаружения раствором резорцина.

2. Отбор пробы проводится с концентрированием /фильтр АФА-ХА-20/.

3. Предел измерения 2 мкг микала /0,5 мкг фталана/ в анализируемом объёме пробы.

4. Предел измерения микала в воздухе 0,25 мг/м^3 /при отборе 400 л воздуха/.

5. Диапазон измеряемых концентраций 0,25 мг/м^3 - 2,5 мг/м^3.

6. Граница суммарной погрешности измерения ±I5%.

7. Определению не мешают другие фунгициды, используемые для тех же целей.

8. Рекомендуемая предельно допустимая концентрация микала в воздухе 0,5 мг/м^3.

II. Реактивы, растворы, материалы

Стандартный раствор фталана №I с содержанием I00 мкг/мл готовят растворением 0,0I г.х.ч. фталана в этиловом спирте в мерной колбе ёмкостью I00 мл. Стандартный раствор устойчив в течение I месяца.

Этиловый спирт, 96%-ный, ТУ 6-09-I7I0-77

Ацетон перегнанный, ГОСТ 2603-79.

Бензол, ГОСТ 5955-75.

Резорцин, ГОСТ 9945-75, х.ч.

Проявляющий реагент : I5%-ый раствор резорцина в ацетоне. Раствор сохраняется в тёмной склянке в течение I месяца.

Фильтры АФА-ХА-20.

Ш. Приборы и посуда

Аспирационное устроиство., ТУ 64-I-862-77

Фильтродержатели.

Хромаграфические пластинки "силуфол" I50xI50 мм.

Микропипетки,ГОСТ 20292-74,ёмкостью 0,I мл с оттянутыми концами.

Камера для хроматографирования, ГОСТ I0565-75

Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ I039I-74

IУ. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 20 л/мин аспирируют через фильтр АФА-ХА-20.

Для определения I/2 ПДК достаточно отобрать 400 л воздуха.

Срок хранения отобранных проб I0 дней в хорошо закупоренной таре при комнатной температуре /20°С/.

У. Условия анализа

Фильтр с отобранной пробой помещают в химический стакан ёмкостью 50 мл и обрабатывают 5 мл этилового спирта дважды,порциями по 2,5 мл и оставляют на I0 минут.После каждого промывания жидкость сливают, фильтр отжимают стеклянной палочкой.

Из общего объёма /5 мл/,для анализа берут раствор в количестве 0,I мл и осторожно наносят на пластинку "силуфол",диаметр пятен не должен превышать I см.На эту же пластинку наносят стандартный раствор №I,в количестве 0,005 мл,0,0I мл,0,02 мл,0,03 мл,0,04 мл...0,I мл, что соответствует 0,5;I,0;2,0;3,0;4,0....I0 мкг фталана.Пластинку с нанесёнными растворами сушат при комнатной температуре и помеща-

ют в хроматографическую камеру, на дно которой за 20 минут наливают подвижную фазу бензол-ацетон /I6:I/. После того, как фронт растворителя поднимется примерно на I0 см, пластинку вынимают из камеры, сушат на воздухе до полного испарения растворителя и опрыскивают I5%-ым раствором резорцина в ацетоне. Пластинку, обработанную проявителем, помещают в сушильный шкаф и выдерживают в течение I0 минут при температуре II0°С. При наличии в пробе фталана на пластинке проявляется жёлтое пятно, расположенное на одном уровне с уровнем пятен стандартного раствора R_f =0,8±0,0I.

Окраска пятен устойчива в течение 24 часов. Количественное определение производят путём сравнения площади пятен с тем стандартом, площадь которого наиболее близка по величине к площади пробы. Площадь пятен определяют с помощью миллиметровой бумаги или планиметра.

Концентрацию фталана /X/ в мг/м^3 воздуха вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G \cdot S_{пр} \cdot V_I \cdot K}{V \cdot S_{ст} \cdot V_{20}}$$

где G – количество фталана в стандартном растворе, мкг

$S_{пр}$ – площадь пятна на хроматограмме пробы, мм^2;

V_I – общий объём пробы, мл;

$S_{ст}$ – площадь пятна на хроматограмме стандарта, мм^2;

K – коэффициент пересчёта фталана на микал, равный 4;

V – хроматографируемый объем пробы, мл ;

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

VI. Требования безопасности

Соблюдать все необходимые требования безопасности при работе в химических лабораториях, а также правила устройства, техники безопасности, производственной санитарии, противоэпидемического режима и личной гигиены при работе в лабораториях санитарно-эпидемиологических учреждений системы Минздрава СССР (№2455-8I 20.I0.8Iг.)

ОГЛАВЛЕНИЕ

стр.

Фосфорорганические пестициды

I. Временные методические указания по определению актеллика и базудина в чае с помощью тонкослойной и газожидкостной хроматографии
22 мая 1985 г. №3888-85 3

2. Временные методические указания по определению актеллика в биологическом материале хроматографическими методами (дополнение к №2085-79)
2I ноября 1985 г. №4038-85 II

3. Методические указания по определению дифоса (абата) в продуктах растениеводства методом тонкослойной хроматографии (дополнение к №1350-75 от 22.09.75 г.)
22 мая 1985 г. №3886-85 I9

4. Методические указания по определению примицида в растительном материале и в почве с помощью тонкослойной и газожидкостной хроматографии
2I ноября 1985 г. №4028-85 24

5. Методические указания по определению сульфидофоса в мясе, молоке и кормах методом тонкослойной хроматографии
3 января 1985 г. №3198-85 33

6. Методические указания по определению остаточных количеств хлорофоса в картофеле хроматоэнзимным методом (дополнение к №3185-85 от 03.01.85 г.)
22.05.85 г. №3895-85 39

стр.

Хлорорганические пестициды

7. Временные методические указания по определению блазера в воде, почве, сое и зеленых листьях методом хроматографии в тонком слое
27 ноября 1984 г. №3156-84 43

8. Временные методические указания по определению дилора в меде методом тонкослойной хроматографии
22 мая 1985 г. №3884-85 51

9. Временные методические указания по хроматографическому определению ДД в воде
22 мая 1985 г. №3876-85 57

10. Временные методические указания по определению иодауна в воде и почве газожидкостной хроматографией
21 ноября 1985 г. №4030-85 60

11. Методические указания по определению тиодана и продуктов его превращения в воде хроматографическими методами
21 ноября 1985 г. №4035-85 64

12. Временные методические указания по определению триаллата методом газожидкостной хроматографии в воде, почве и зерне пшеницы
21 ноября 1985 г. №4032-85 73

13. Временные методические указания по определению методами ГЖХ и ТСХ аналога ювенильного гормона п-хлорфенилового эфира гераниола в зерне пшеницы, почве, воде и зеленых листьях
12 апреля 1985 г. №3254-85 81

стр.

I4. Временные методическиему указания по определению остаточных количеств фозилада в свекле методом газожидкостной хроматографии

22 мая I985 г. №3875-85 88

I5. Временные методические указания по определению регулятора роста растений ЭБФ-5 в воде, растительном материале методом ТСХ

2I ноября I985 г. №403I-85 93

I6. Методические указания по определению остаточных количеств хлорорганических пестицидов и продуктов их разложения (α-изомера ГХЦГ, γ-изомера ГХЦГ, гептахлора, альдрина, кельтана, ДДЭ, ДДД, ДДТ) в воде хроматографическими методами при совместном присутствии I июля I986 г. №4I20-86 99

Азотсодержащие пестициды

I7. Временные методические указания по определению ацетала в воде, почве, картофеле, зерне и зеленой массе кукурузы и сои методами ГЖХ и ТСХ

2I ноября I985 г. №4029-85 II3

I8. Методические указания по определению дифенамида в воде в воде методом тонкослойной хроматографии

2I ноября I985 г. №4033-85 I23

I9. Методические указания по определению карахола и его метаболита бензоилпропкислоты в почве методом газожидкостной хроматографии

3I июля I984 г. №3072-84 I27

стр.

20. Временные методические указания по определению лентаграна в растительной продукции, почве и воде ТСХ
12.04.85 г. №3253-85 136

21. Методические указания по определению монурона и диурона в чае методом газожидкостной хроматографии 3 января 1985 г. №3187-85 142

22. Временные методические указания по определению набу в воде, почве, капусте, сое и зеленых листьях методом хроматографии в тонком слое 22 мая 1985 г. №3880-85 148

23. Временные методические указания по определению раундапа в воде методом ТСХ (дополнение к №2434-81)
21 ноября 1985 г. №4034-85 156

24. Временные методические указания по определению соналена в воде, почве и зеленой массе сои хроматографическими методами
3 января 1985 г. №3200-85 162

25. Временные методические указания по определению соналена в маслах подсолнечника, репса и клещевины ТСХ 22 мая 1985 г. №3894-85 167

26. Временные методические указания по определению стомпа методом ТСХ в табаке
12 апреля 1985 г. №3252-85 171

27. Методические указания по определению тилта в растениях, почве, воде методом газожидкост-

ной хроматографии
3 января 1985 г. № 3190-85 179

28. Методические указания по определению триадимефона (байлетона) методом ТСХ в воде
22 мая 1985 г. № 3892-85 184

29. Методические указания по определению фенмедифама и десмедифама в воде природных водоемов ТСХ
21 ноября 1985 г. № 4036-85 189

Прочие пестициды

30. Временные методические указания по определению остаточных количеств арилона по бензолсульфонамиду в зернах хлопка, почве и воде тонкослойной хроматографией
21 ноября 1985г. № 4037-85 196

31. Методические указания по определению гидразида малеиновой кислоты в табаке колориметрическим методом
12 апреля 1985г. №3251-85 204

32. Методические указания по определению диметилсульфоксида и его метаболита диметилсульфона методом газожидкостной хроматографии в сахарной свекле, картофеле и зеленой массе
28 мая 1986 г. № 4119-86 211

33. Временные методические указания по определению остаточных количеств препарата 320-К в зерне и воде тонкослойной хроматографией
22 мая 1985 г. № 3890-85 217

34. Временные методические указания по определению ДРХ-4189 (ГЛИН) в воде, почве, растительном материале методом газожидкостной хроматографии
22 мая 1985г. № 3885-85 225

стр.

Методические указания по определению пестицидов в воздухе

35. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций ацетала и его продукта II-хлорметил-2-метил-6-этилхлорацетанилида в воздухе рабочей зоны 21 ноября 1985 г. №4027-85 230

36. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций препаративной формы АМГ-80А-84 в воздухе рабочей зоны 21 ноября 1985 г. №4025-85 235

37. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций смеси геранилгексаноата и геранилоктаноата в воздухе рабочей зоны 21 ноября 1985 г. №4024-85 239

38. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентрации геранилизовалерата в воздухе рабочей зоны 21 ноября 1985 г. №4026-85 243

39. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 2,4-Д в воздухе рабочей зоны I июля 1986 г. №4122-86 247

40. Временные методические указания по определению дактала в воздухе рабочей зоны газохроматографическим методом 22 мая 1985 г. №3882-85 254

41. Методические указания по хроматографическому измерению концентрации диметилсульфата в воздухе рабочей зоны 21 ноября 1985 г. №4021-85 260

стр.

42. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций дозанекса, 3-хлор-4-метоксианилида, 3-хлор-4-метоксинитробензола в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4017-85 266

43. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций ивина в воздухе рабочей зоны
I июля 1986 г. №4127-86 275

44. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций ленацила в воздухе рабочей зоны
I июля 1986 г. №4125-86 279

45. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций линурона в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4020-85 284

46. Временные методические указания по хроматографическому и газохроматографическому измерению концентраций лонтрела в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4016-85 288

47. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций метоксихлора, анизола и хлорала в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4022-85 298

48. Временные методические указания по фотометрическому и хроматографическому измерению концентраций инкала в воздухе рабочей зоны
22 мая 1985 г. №3881-85 307

стр.

49. Временные методические указания по измерению концентрации в воздухе рабочей зоны хроматографическими методами
22 мая 1985 г. №3887-85 315

50. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации пентахлорнитробензола в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4041-85 322

51. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентрации ресина в воздухе рабочей зоны
1 июля 1986 г. №4126-86 327

52. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентрации ромунида в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4018-85 331

53. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций триадимефона (байлетона) в воздухе рабочей зоны
22 мая 1985 г. №3893-85 335

54. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций хостаквика в воздухе рабочей зоны 1 июля 1986 г. №4124-86 340

55. Методические указания по хроматографическому измерению концентрации фозалона и полупродуктов его производства бензоксазолона и 3-оксиметил-6-хлорбензоксазолона в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4019-85 345

Стр.

56. Временные методические указания по фотометрическому измерению концентрации препарата **ЭБФ-5** в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. № 4023-85 350

57. Методические указания по определению **лепидоцида** на обработанных им растениях иммунофлюоресцентным методом
22 мая 1985 г. № 3891—85 355

Л-39603 от 12.02.88. Зак. 1327. Тир. 2000 экз. Объем 23 п. л.
[illegible]×84/16 Ротапринт

gost.e-ecolog.ru

Москва. Типография ВАСХНИЛ