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 XV-я

Москва — 1984 г.

gost.e-ecolog.ru

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

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

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

Москва - 1984 г

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 (председатель Группы экспертов д.б.н. М.А.Клисенко).

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

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ
Л.Г.Александрова, Д.Е.Тиренко, С.В.Лопатко (секретарь),
М.А.Клисенко (председатель), Г.И.Короткова, В.Е.Кривенчук,
М.В.Письменная (зам.председателя), Г.А.Хохолькова.

Совет экономической взаимопомощи.
Постоянная комиссия по сотрудничеству в области здравоохранения.
Гигиена труда и профессиональные заболевания.Москва,1982,124-130

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

"Общие требования к методикам измерения концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны "

Цель настоящих методических указаний- способствовать разработке и представлению по единой системе унифицированных методик измерения содержания вредных веществ в воздухе рабочей зоны.

Унифицированные методики позволят получать сопоставимые данные об уровнях концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны, необходимые для установления соответствия их гигиеническим нормативам в условиях производства.

Настоящие МУ устанавливают требования к построению и содержанию методик- требования к реактивам и растворам,газам,приборам, к условиям отбора проб воздуха, подготовке и проведению измерения, а также к обработке результатов измерения. К методике прилагается краткий обзор литературы и перечень литературных источников.

Построение и содержание методики

I.Название вещества и его химическая формула. Название вещества приводится согласно рекомендациям Международного союза теоретической и прикладной химии.

2. Принцип, диапазон и мешающее влияние.

2.I. При изложении принципа измерения должны быть кратко указаны способ отбора проб воздуха и условия измерения концентраций вещества в отобранной пробе.

2.2. Диапазон измеряемых концентраций,предусмотренный методикой, отражает область величин измеряемых концентраций (мг/м^3)

Нижняя граница диапазона должна обеспечивать измерение вредного вещества на уровне или I/2 ПДК при длительности отбора пробы не более 30 мин.

2.3. Методика предусматривает возможность измерения основного вещества на уровне I/2 ПДК в присутствии мешающих веществ (в мг/м^3).

3. Граница суммарной погрешности при измерении не должна превышать ± 25%.

Расчет суммарной погрешности приведен в Приложении I.

4. Реактивы и растворы, газы, приборы.

4.I. Перечень реактивов с указанием нормативно-технической документации и их квалификация.

4.2. Основные,стандартные, поглотительные и другие растворы, их приготовление и сроки хранения.

4.3. Парогазовые смеси анализируемых веществ,их приготовление и сроки хранения.

4.4. Газы, не содержащие примесей,мешающих проведению измерений.

4.5. Приборы,выпускаемые серийно, и другие средства измерений,метрологические характеристики которых установлены в процессе аттестации методик.

5. Проведение измерения

5.I. Условия отбора проб воздуха.

5.I.I. Поглотительные устройства для отбора вредных веществ из воздуха, объемный расход воздуха,длительность отбора, а также сроки и условия хранения отобранных проб.

Длительность отбора обуславливается возможностями аналитической методики и не может превышать 30 мин. При контроле среднесменной величины ПДК длительность отбора должна соответствовать рабочей смене. Количество последовательно отбираемых проб в этом случае определяется наличием соответствующих способов отбора и анализа.

5.2. Подготовка и условия анализа.

5.2.I. Приготовление парогазовых смесей и построение градуировочного графика. Для дозировки готовят два основных стандартных раствора, из которых путем соответствующего разбавления готовят пять стандартных растворов с определенной концентрацией

вещества. Для построения градуировочного графика для каждой концентрации проводится не менее 3 измерений. Проверка градуировочного графика должна проводиться периодически (не реже I раза в месяц), а также в случае изменения условий проведения анализа.

5.2.2. Обработка отобранных проб.

5.2.3. Условия работы на приборах.

5.2.4. Дозирование.

5.2.5. Обработка результатов анализа. Обработка должна включать расчет концентраций вредных веществ в отобранной пробе ($мг/м^3$) а также приведение результатов измерения к стандартным условиям (температура 20°С, давление I0I,3 КПа),которое проводится по формуле

$$V_{ст} = \frac{V_t \cdot 293 \cdot P}{(273 + t) \cdot 101{,}3}$$, где:

V_t -объем отобранного воздуха при t°С в месте отбора проб,$м^3$

P -атмосферное давление, КПа

t - температура воздуха в месте отбора проб,°С

Приложение

I. Расчет суммарной погрешности измерения концентрации вредных веществ производится путем проведения не менее трех параллельных измерений эталонных образцов с известным содержанием в них определяемых компонентов или с помощью дозирующих устройств.

Расчет суммарной погрешности (Δ) проводится по формуле:

$$\Delta = \frac{C_I - C_2}{C_I} \cdot 100$$, где:

C_I-исходная концентрация определяемого компонента в эталонной смеси;

C_2-найденная концентрация определяемого компонента.

Расчет суммарной погрешности может быть проведен также путем вычисления отдельных погрешностей по всем этапам измерения.

I.Расчет неисключенной систематической погрешности.

Неисключенная систематическая погрешность обуславливается: погрешностью способа отбора проб воздуха; погрешностью измерения концентраций вредного вещества в отобранной пробе.

I.I. Определение неисключенной систематической погрешности при отборе проб воздуха.

Суммарную погрешность при отборе проб воздуха ($\Theta_{отб}$) обуславливают следующие погрешности:

I.I.I. Погрешность измерения объема, отобранного для анализа воздуха ($\Theta_{изм}$), исходя из погрешности аспирационного устройства, погрешность которого известна.

За погрешность измерения объемного расхода принимают погрешность средства измерения (например, газовых часов типа ГСБ-400 и др.), при помощи которого проводилась градуировка устройства.

I.I.2. Погрешность за счет уноса или проскока вещества ($\Theta_{пр}$) из поглотительных сосудов, с фильтров и других устройств, определяемая экспериментально при соответствующих объемных расходах. Например, при применении для отборе проб одного поглотительного устройства (концентрация измеряемого вещества составляет C_I) и двух последовательно соединенных устройств (соответственно концентрации C_2 и C_3) определение проскока из первого устройства расчитывают по формуле (%):

$$\Theta_{пр} = \frac{(C_2 + C_3) \cdot 100}{C_I + C_2 + C_3}$$

I.I.3. Погрешность отбора проб воздуха вычисляют по формуле:

$$\Theta_{отб} = \pm \sqrt{\Theta^2_{изм} + \Theta^2_{пр}}$$

I.2. Определение неисключенной систематической погрешности при анализе содержания вредного вещества в отобранной пробе воздуха.

Погрешность анализа содержания вредного вещества в пробе воздуха обуславливают следующие погрешности:

I.2.I. Погрешность за счет длительного хранения отобранной пробы воздуха ($\Theta_{хр}$) в пределах указанного в методике времени,

определяемая как разность между концентрацией C_0 при времени хранения $t=0$ и концентрацией C_t, найденное при времени хранения, допускаемом по методике (%).

I.2.2. Погрешность ($\theta_{изб}$) за счет мешающего влияния сопутствующих веществ, определяемая как максимальная разность между результатами определения вещества в присутствии примесей и без них.

I.2.3. Погрешность ($\theta_{обр}$) за счет обработки пробы, определяемая как разность между результатами измерения вещества без обработки и с обработкой.

I.3. Погрешность построения градуировочного графика ($\theta_{гр}$)[x].

I.3.I. Погрешность при построении градуировочного графика с использованием стандартных растворов рассчитывается по нижнему пределу измеряемых концентраций в растворе.

I.3.2. Погрешность при построении градуировочного графика с применением парогазовых смесей рассчитывается на уровне 0,5 и I ПДК.

I.4. Погрешность анализа рассчитывается по формуле:

$$\theta_{ан} = \pm \sqrt{\theta^2_{хр} + \theta^2_{изб} + \theta^2_{обр} + \theta^2_{гр}}$$

I.5. Суммарная неисключенная систематическая погрешность измерения рассчитывается по формуле:

$$\theta_{сум} = \pm K \cdot \sqrt{\theta^2_{отб} + \theta^2_{ан}}$$, где:

К- коэффициент, определяемый принятой доверительной вероятностью. Коэффициент К принимается равным I,I при доверительной вероятности 0,95.

Результаты наблюдений вносят в таблицу по следующей форме:

---

x Погрешность построения градуировочного графика включает погрешность приготовления растворов, погрешность при взвешивании навески, измерения объемов растворов, а также погрешность приборов.

Таблица

Число измерений	Концентрация вредного вещества мкг/мл C_i	Величина аналитического сигнала y_i	Среднее арифметическое $\bar{y}$	$\Delta y = y_i - \bar{y}$	$\Delta y_{макс}$	$\Delta C_{макс}$ соответ. $\Delta y_{макс}$	$\Delta C_{макс} \cdot 100 / C_i$
I		0,242		0,002			
2		0,244		0,00	0,003	0,2	$\frac{0,2 \cdot 100}{5} = 4,0$
3	5,0	0,246	0,244	0,002			
4		0,247		0,003			
5.		0,242		0,002			

I.6. Расчет случайной погрешности.

Случайная погрешность обуславливается случайно изменяющимися погрешностями при повторных изменениях одной и той же величины. Случайная погрешность рассчитывается как относительное квадратичное отклонение ($S_{\bar{C}}$) по формуле

$$S_{\bar{C}} = \frac{S \cdot 100}{\bar{C}}$$

где: $\bar{C}$ – среднее арифметическое результатов измерений;

S – среднее квадратичное отклонение, вычисленное по формуле.

$$S = \pm \sqrt{\frac{\sum (C_i - \bar{C})^2}{n-1}}$$

где: n– число измерений.

I.7. Расчет погрешности при измерении концентрации вредных веществ в воздухе.

Суммарная погрешность рассчитывается по формуле

$$\Delta = \pm K \sqrt{\frac{\Sigma (\Theta_{сум})^2}{3} + S_{\bar{c}}^2}$$

где: К – коэффициент, зависящий от соотношения величин случайных и систематических погрешностей. Коэффициент К вычисляют по формуле.

$$K = \frac{\Sigma + \Theta}{S_{\bar{c}} - \sqrt{\frac{\Sigma \Theta_i^2}{3}}}$$

где; Σ –доверительные границы случайной погрешности;

Θ – границы неисключенной систематической погрешности результатов измерения.

Л И Т Е Р А Т У Р А

1.Государственная система обеспечения единства измерения. Общие требования к стандартизации и аттестации методик выполнения измерения.

ГОСТ 8010-72

Государственный комитет стандартов Совета Министров СССР,Москва.

2.Государственная система обеспечения единства измерений. Прямые измерения с многократными наблюдениями. Методы обработки результатов наблюдений. Основные положения.

ГОСТ 8.207-76

Государственный комитет стандартов Совета Министров СССР,Москва.

3.Системе стандартов безопасности труда.

Воздух рабочей зоны.

Требования к методикам измерения концентраций вредных веществ.

ГОСТ 12.1.016-79

Государственный комитет стандартов Совета Министров СССР,Москва.

СОДЕРЖАНИЕ

ГАЛОИДОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

стр

1. Временные методические указания по газохроматографическому определению альфа-3 в почве, воде и растительном материале I
2. Временные методические указания по определению даконила в растительной продукции, почве и воде тонкослойной и газожидкостной хроматографией 8
3. Временные методические указания по определению дактала в эфирных маслах методом газожидкостной хроматографии I4
4. Методические указания по определению остаточных количеств далапона в воде, почве, моркови, винограде и в хлопковых семенах методом тонкослойной хроматографией I9
5. Методические указания по определению ДД и ДДЭ в почве методом газожидкостной хроматографии 27
6. Временные методические указания по фотоэлектроколориметрическому определению глифтора в органах и тканях животных 35
7. Методические указания по определению пентацина методом газожидкостной хроматографии в семенах и зеленой массе люпина желтого. 43
8. Временные методические указания по определению сумицидина в корнеклубнеплодах, молоке, растениях, почве методом газожидкостной хроматографии. 52
9. Временные методические указания по определению тиодана и продуктов его превращения в мясе, органах и тканях животных хроматографическими методами 58
10. Методические указания по определению тиодана в растительных маслах методом газожидкостной хроматографии 65
11. Временные методические указания по определению остаточных количеств тотрила в луке зеленом, репчатом методом тонкослойной хроматографии 69

ФОСФОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

I. Методические указания по определению фосфорорганических пестицидов (дифос,ДДВФ,хостаквик,цианокс,циодрин) в почве хроматоэнзимным методом 74

АЗОТСОДЕРЖАЩИЕ ПЕСТИЦИДЫ

I. Временные методические указания по определению бутилкантакса в почве,воде и растительном материале методом газожидкостной хроматографии 83
2. Временные методические указания по определению остаточных количеств дифенамида в почве, растениях и эфирных маслах методом газожидкостной хроматографией 90
3. Временные методические указания по определению дефолианта дроппа методом хроматографии в тонком слое в волокнах, листьях,семенах хлопчатника и в почве 96
4. Временные методические указания по определению остаточных количеств картоцида (фитона) в картофеле,огурцах,томатах луке,свекле и воде методом тонкослойной хроматографии. 102
5. Временные методические указания по определению КН-77 в воде методом тонкослойной хроматографии 107
6. Временные методические указания по определению линурона и дипрониона в луке зеленом,репчатом методом тонкослойной хроматографии 113
7. Временные методические указания по определению метирама в растительных образцах (яблоках,огурцах, томатах) газохроматографическим методом 121
8. Временные методические указания по определению митака в растительном материале, почве, воде, органах, тканях и молоке животных методами тонкослойной и газожидкостной хроматографии 129
9. Временные методические указания по определению нимрода в почве,воде,огурцах методом тонкослойной хроматографии 136

10. Временные методические указания по определению роданида натрия в семенах подсолнечника и воде методом тонкослойной хроматографии. 144
11. Временные методические указания по определению рубигана в яблоках и огурцах хроматографическим методом 149
12. Временные методические указания по определению остаточных количеств сангора в воде,почве и в растительных объектах методом газожидкостной хроматографии 155
13. Временные методические указания по определению стомпа в воде,почве и растительных соъектах методами газожидкостной,тонкослойной хроматографии и УФ-спектрофотометрии 167
14. Временные методические указания по определению сумилекса в воде,почве,семенах подсолнечника и биосредах методом тонкослойной хроматографии 183
15. Временные методические указания по определению остаточных количеств суффикса в почве хроматографическими методами 193
16. Временные методические указания по определению ТИ-78 в клубнях картофеля и воде 199
17. Методические указания по определению остаточных количеств тачигарена в почве тонкослойной хроматографией 205
18. Временные методические указания по определению томилона в воде,почве и растительном материале методами тонкослойной и газожидкостной хроматографии 211
19. Временные методические указания по определению ФДН / N,N -диметил-N-(3-хлорфенил)-гуанидина / в почве методом тонкослойной хроматографии 218
20. Методические указания по определению фенилмочевинных гербицидов (фенурон,которан,монурон,диурон,арезин, линурон,паторан,малоран) в почве, растительном материале и овощах методом газожидкостной хроматографии 225
21. Методические указания по определению фенилмочевинных гербицидов (фенурона,которана,монурона,диурона,дикурана,дозанекса,тенорана,фалорана,арезина,линурона,паторана,малорана) в воде, почве,растительной массе,овощах методом тонкослойной хроматографии 254
22. Методические указания по хроматографическому определению фенмедифама (бетанала) в воде,почве,сахарной свекле и биологических средах 244

ОЛОВООРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

I. Временные методические указания по определению перопала в яблоках и почве методом тонкослойной хроматографии 257
2. Временные методические указания по определению действующего вещества препарата пликтран и его метаболитов (окись дициклогексилолова, циклогексилоловянная кислота) в воде, почве и растительном материале хроматографическим методом и неорганического олова в тех же средах спектрофотометрическим методом 263

РАЗНОЕ

I. Методические указания . Общие требования к методикам измерения концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны 273

Л - 64298 от 200385, Тираж 2000 экз., Заказ № 1929

Типография ВАСХНИЛ

gost.e-ecolog.ru