

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 XIV-я

Москва - 1984

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. Хохоль-
кова (зам. председателя), В.Е. Кривенчук.

"УТВЕРЖДАЮ"

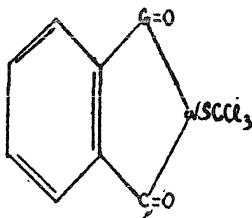
Заместитель Главного Государственного санитарного
врача СССР

А.И.ЗАИЧЕНКО

" 24 " августа 1983 г.

№ 2862-83

Методические указания
по фотометрическому и хроматографическому
измерению концентраций фталена в воздухе
рабочей зоны



М.м.296,56

Фтален (Фолпет, действующее начало ω -трихлорэтилфталат-линид) – белое, кристаллическое вещество с резким запахом, $T_{пл.} 177^{\circ}C$.

Препарат нерастворим в воде, плохо растворим в большинстве органических растворителей. Хорошо растворяется в этиловом спирте, эфире, эфире. Выпускается в виде 50% с.п. Нелетуч, при применении может находиться в воздухе в виде аэрозоля.

И. ХАРАКТЕРИСТИКА МЕТОДА

1. Определение основано на:

а) гидролизе фталена с образованием хлористого водорода, который взаимодействует с азотнокислым серебром с получением взвешенной суспензии хлористого серебра;

б) хроматографировании фталена в тонком слое силикагеля (пластинки "Силуфол") и образовании окрашенных продуктов взаимодействия с проявляющим реагентом - резорцином.

2. Отбор проб проводится в концентрировании (фильтр АФА-ХА-20).

3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы - 5 мкг (фотометрический метод), 0,5 мкг (ТСХ).

4. Предел измерения в воздухе - 0,25 мг/м³.

5. Диапазон измеряемых концентраций - 0,25 - 5 мг/м³.

6. Определению фотометрическим методом мешает присутствие каптана. Определению методом ТСХ присутствие других производных фталимиде не мешает.

7. Граница суммарной погрешности измерения - ± 15% (фотометрический метод), ± 10% (ТСХ).

8. Предельно допустимая концентрация фталена в воздухе рабочей зоны - 0,5 мг/м³.

П. РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ, МАТЕРИАЛЫ:

Фтален, х.ч.

Спирт этиловый, ректиф., ГОСТ 5962-67.

Фильтры АФА-ХА-20.

Стандартный раствор № I фталена, х.ч., в этиловом спирте с содержанием 100 мкг/мл. В случае отсутствия х.ч. вещества стандартный раствор готовят из технического препарата растворением

0,01 г. фталена в этиловом спирте в мерной колбе емкостью 50 мл. (расчет дан для технического препарата, содержащего 50% действующего вещества в 100 г. препарата),

Стандартный раствор устойчив в течение 1 месяца.

К фотометрическому методу:

Серебро азотнокислое, х.ч., ГОСТ 1277-75, 1%-й раствор.

Азотная кислота, х.ч., ГОСТ 4461-77, 10%-й раствор.

Дистиллированная вода, дважды перегнанная.

К методу ТСХ:

Ацетон, перегнанный, ГОСТ 2603-79

Бензол, х.ч., ГОСТ 5955-75

Резорини, х.ч., ГОСТ 9245-70

Подвижная фаза: бензол - ацетон (16:1)

Проявляющий реактив: 15%-ый раствор резоринина в ацетоне.

Раствор сохраняется в темной склянке в течение 1 месяца

Ш. ПРИБОРЫ И ПОСУДА

Аспирационное устройство.

Фильтродержатели.

Посуда лабораторная стеклянная, ГОСТ 1770-74.

К фотометрическому методу:

Фотоэлектроколориметр, ГОСТ 12083-78.

Пробирки колориметрические плоскодонные с притертыми пробками, бесцветного стекла, высотой 150 мм и внутренним диаметром 15 мм, ГОСТ 10515-75.

Водяная баня.

К методу ТСХ:

Хроматографические пластинки "Силуфол 254" 150 x 150 мм.
Микропипетки, ГОСТ 20292-74Е, емкостью 0,1 мл с оттянутыми концами.

Камера для хроматографирования.

Пудверизаторы стеклянные.

IV. УСЛОВИЯ ОТБОРА ПРОБ ВОЗДУХА

Воздух со скоростью 10 л/мин. аспирируют через фильтр АФА-ХА-20. Для анализа препарата на уровне 1/2 ПДК необходимо отобрать 120 литров воздуха.

Срок хранения отобранных проб 15 дней в герметичных условиях, при комнатной температуре.

V. УСЛОВИЯ АНАЛИЗА

Фотометрический способ

Фильтр с пробой помещают в химический стакан емкостью 50 мл и обрезают 6 мл этилового спирта трижды порциями по 2 мл и оставляют на 5 минут. После каждого промывания жидкость сливают, фильтр отнимают стеклянной палочкой.

Для анализа по 1 мл пробы вносят в колориметрические пробирки, приливают по 4 мл бидистиллята, тщательно перемешивают и на 20 минут помещают в водяную баню, предварительно нагретую до 60°C.

После охлаждения в пробирки вносят по 1 мл 1% раствора азотно-кислого серебра и по 1 мл 10% раствора азотной кислоты. Содержимое пробирок тщательно перемешивают и через 15 минут фотометрируют в кювете с толщиной слоя 1 см при длине волны 450 мм.

В качестве раствора сравнения используют контрольный опыт, полученный аналогичной обработкой чистого фильтра. Содержание фталона в анализируемом объеме определяют по предварительно построенному градуировочному графику. Для построения градуировочного графика готовят шкалу стандартов согласно таблице № I

Таблица № I

Шкала стандартов

№ стандарта	Стандартный раствор фталона № I, мл	Этиловый спирт, мл	Содержание фталона, мкг
0	0	1,0	0
1	0,05	0,95	5
2	0,1	0,9	10
3	0,2	0,8	20
4	0,4	0,6	40
5	0,6	0,4	60
6	0,8	0,2	80
7	1,0	0	100

Все пробирки шкалы обрабатывают аналогично пробам, измеряют оптическую плотность относительно к контрольному опыту и строят график.

Шкалой стандартов можно пользоваться и для визуального определения. Ее готовят в колориметрических пробирках одновременно с пробями.

Шкала устойчива в течение 2 часов.

Концентрацию фталена в мг/м³ (X) вычисляют по формуле

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

G — количество фталена, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;

V₁ — общий объем пробы, мл;

V — объем пробы, взятый для анализа, мл;

V₂₀ — объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

МЕТОД ТСХ

Фильтры с отобранной пробой помещают в химический стакан емкостью 50 мл и обрабатывают 6 мл этилового спирта трижды, порциями по 2 мл и оставляют на 10 минут. После каждого промывания жидкость сливают и фильтр отжимают стеклянной палочкой.

Из общего объема пробы (6 мл.) для анализа берут раствор в количестве 0,1 мл и осторожно наносят на пластинку диаметр пятна не должен превышать 1 см. На эту же пластинку наносят стандартный раствор № I в количестве 0,005 мл, 0,01 мл, 0,02 мл, 0,03 мл, 0,04 мл... 0,1 мл., что соответствует 0,5, 1, 2, 3, 4...10 мкг фталена. Пластинку с нанесенными растворами сушат при комнатной температуре и помещают в хроматографическую камеру, на дно которой за 20 минут до хроматографирования наливают подвижный растворитель бензол-ацетон (16:1). После того, как фронт раст-

ворителя поднимается примерно на 10 см, пластинку вынимают из камеры, сушат на воздухе до полного испарения растворителя и опрыскивают 15%-ным раствором резорцина в этаноне. Пластинку, обработанную проявителем, помещают в сушильный шкаф и выдерживают в течение 10 минут при температуре 110°C. При наличии в пробе фталена на пластинке проявляется желтое пятно, расположенное на одном уровне с уровнем пятен стандартного раствора.

$$R_f = 0.80 \pm 0.01$$

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

Концентрацию фталена (X) в мг/м³ воздуха вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G \cdot S_{sp} \cdot V_1}{V_{20} \cdot S_{cm} \cdot V}, \quad \text{где:}$$

G — количество фталена в стандарте, мкг;

S_{sp} — площадь пятна пробы, мм²;

S_{cm} — площадь пятна стандарта, мм²;

V_1 — общий объем пробы, мл;

V — объем пробы, взятый для хроматографирования, мл;

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

VI. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Меры предосторожности при работе с Фталеном — как со средне-токсичными пестицидами.

Соблюдать все требования по технике безопасности при работе в химических лабораториях.

VII. Разработчики.

М.К.КВАТАДЗЕ

Грузинский НИИ гигиены труда и профзаболеваний.

СО 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	13
Бензоилпропэтила и этилового эфира N-3,4- дихлор- фенилаланина	17
Беномила и БМК	22
Бентазона	30
Биоресметрина	35
Болстара	40
Бронокота	48
Бутилкаптакса	52
Бутокарбоксима	59
Гидрела	63
ГМК-На	66
Даконила	70
Диазинона, эптама, гамма-изомера ГХЦ, фенмедетифама, ленашила, фосфамида и пиразона	77
Дигидгела	89
Диквата	93
Зоокумапина	97
Карбофурана	100
Крочетона	104
Менида и 3-хлор-4-метиленилина	108
Метазина и компонентов гибридной смеси "карагард"	113
Мятака	118
Офунака	124
Пликтрана	128
Ратпидана	132
Раундана	138
Ровраля	143
Розалина	148
Синтетических пиретроидов (амбуш, депис, рипкорд, сумипридин)	154
Стомпа	161

	стр.
Сумилекса	166
Томиллона	173
Триморфамида	180
Фекама-трибуфона	186
Фталана	192
Препарата 242 . . . и металилхлорида (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	213
--	-----

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, фенилтрооксона 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 буторахлорима в почве, воде и растительном материале	260
Методические указания по определению ИМК-На, 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 паврлана 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 эдिला в воде, растительном масле, семенах подсолнечника, траве	311
Методические указания по определению остаточных количеств пинабеа в сушеных овощах и плодах фотометрическим методом	317

Биопрепараты

Временные методические указания по определению остаточных количеств препарата вириин-диприона на растительных объектах ИФ-методом	325
Временные методические указания по определению остаточных количеств биопрепарата вириин-КШ на растительных объектах иммуно-флюоресцентным методом	331