

РОСКОММССИЯ ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ,
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНИКАМИ 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 биоспрепаратов 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. Ххолькова (зам. председателя), В.Е. Кривенчук.

"УТВЕРЖДАЮ"

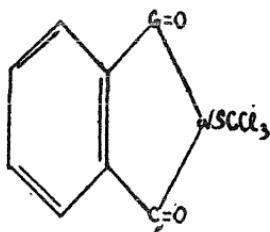
Заместитель Главного Государственного санитарного врача СССР

А.И.ЗАЙЧЕНКО

"24" августа 1983 г.

№ 2862-83

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



M.M.296,56

Фтален (фолпет, действующее начальство, ω -трихлористилтиофтимид) – белое кристаллическое вещество с резким запахом, Т.пл. 177°C.

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

I. ХАРАКТЕРИСТИКА МЕТОДА

1. Определение основано на:

- а) гидролизе фталана с образованием хлористого водорода, который взаимодействует с азотнокислым серебром с получением взвешенной суспензии хлористого серебра;
- б) хроматографированием фталана в тонком слое силикагеля (пластинки "Силуфол") и образовании окрашенных продуктов взаимодействия с проявляющим реагентом - резорцином.

2. Отбор проб проводится с концентрированием (Фильтр АФА-ХА-20).

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

4. Предел измерения в воздухе $\sim 0,25$ мг/м³.

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

6. Определение фотометрическим методом мешает присутствие кептана. Определению методом ТСХ присутствие других производных фталимида не мешает.

7. Граница суммарной погрешности измерения $\pm 15\%$ (фотометрический метод), $\pm 10\%$ (ТСХ).

8. Предельно допустимая концентрация фталана в воздухе рабочей зоны $0,5$ мг/м³.

II. РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ, МАТЕРИАЛЫ:

Фталан, х.ч.

Спирт этиловый, ректиф., ГОСТ 5962-67.

Фильтры АФА-ХА-20.

Стандартный раствор № I Фталана, 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 ёмкостью 50 м. (расчет для технического препарата, содержащего 50% действующего начала в 100 г. препарата).

Стандартный раствор устойчив в течение I месяца.

К Фотометрическому методу:

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

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

Дистилированной воде, дважды перегнанной.

К методу ТСХ:

Ацетон, перегнанный, ГОСТ 2603-79

Бензин, х.ч., ГОСТ 5955-75

Резорцин, х.ч., ГОСТ 9245-70

Подвижная фаза: бензин - ацетон (16:1)

Проявляющий реагент: 15%-й раствор резорцина в ацетоне.

Раствор сохраняется в темной склянке в течение I 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 притертными пробками, бесцветного стекла, высотой 150 мм и внутренним диаметром 15 мм, ГОСТ 10515-75.

Водяная баня.

К методу ТСХ:

Хроматографические пластиинки "Силуфол 254" 150 x 150 мм.

Микропипетки, ГОСТ 20292-74Е, емкостью 0,1 мл с оттянутыми концами.

Камера для хроматографирования.

Пульверизаторы стеклянные.

IV. УСЛОВИЯ ОТБОРА ПРОБ ВОЗДУХА

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

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

У. УСЛОВИЯ АНАЛИЗА

Фотометрический способ

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

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

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

В качестве раствора сравнения используют контрольный опыт, полученный аналогичной обработкой чистого фильтра. Содержание фталоне 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 фталоне № I, мл	Этиловый спирт, мл	Содержание фталоне, мкг
0	0	1,0	0
I	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 пробами.

Шкала устойчива в течение 2 часов.

Концентрацию фталана в мг/м³ (Х) вычисляют по формуле

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

G - количество фталана, 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 из 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, 0,04 мл... 0,1 мл., что соответствует 0,5, 1,2, 3,4... 10 мкг фталана. 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-акетон (I6:J). После того, как фронт раств-

ворителя поднимается примерно на 10 см, пластинку вынимают из камеры, сушат на воздухе до полного испарения растворителя и опрыскивают 15%-ным раствором резорцина в эфире. Пластинку, обработанную проявителем, помещают в сушильный шкаф и выдерживают в течение 10 минут при температуре 110°C. При наличии в пробе фталана 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. Количество 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 фталана (X) в мг/м³ воздуха вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G \cdot S_{\text{ст}} \cdot V_1}{V_{\text{вз}} \cdot S_{\text{пр}} \cdot V}, \text{ где:}$$

G - количество фталана в стандарте, мкг;

$S_{\text{ст}}$ - площадь пятна стандарта, мм²;

$S_{\text{пр}}$ - площадь пятна пробы, мм²;

V_1 - общий объем пробы, мл;

V - объем пробы, взятый для хроматографирования, мл;

$V_{\text{вз}}$ - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л

VI. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Меры предосторожности при работе с фталеном – как со среднетоксичными пестицидами.

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

VII. Разработчики.

М.К.КВАТАДЗЕ

Грузинский НИИ гигиены труда и профзаболеваний.

СОДЕРЖАНИЕ

I. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ В
ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ:

	стр.
Агелона и ситрина	3
Актеллика и примисида	8
Алара	13
Бензоилпропиатла 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-Na	66
Даконила	70
Диазинона, эптами, гамма-изомера ГХГ, фенмединифама, ленапила, фосфамида и пиразона	77
Дигидрэла	89
Диквато	93
Зоокумагина	97
Карбофурана	100
Крошетона	104
Менида и 3-хлор-4-метилэнапиана	108
Метазина и компонентов тиробицидной смеси "карагард" .	113
Митака	118
Офунака	124
Пликтрана	128
Ратнидана	132
Раунидана	138
Ровраля	143
Розалина	148
Синтетических пяретроидов (амбуш, декс, рипкорд, суминидин)	154
Стомпа	161

	стр.
Сумилекса	166
Томилона	173
Триморфамида	180
Фекама-трибуфона	186
Фталана	192
Препарата 242 и металлилхлорида (МХ)	200
Хостаквика	206
Эдила	210
 П. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЬЙ СРЕДЕ	
 Хлорогранические пестициды	
Методические указания по определению остаточных количество гексахлорана (линдана) в сушеном картофеле полярографическим методом	218
 Фосфорогранические 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- З и его метаболитов в биоматериале методом газо- жидкостной хроматографии	252

Автосодержащие пестициды

	стр.
Методические указания по хроматографическому определению буторакбоксона в почве, воде и растительном материале	260
Методические указания по определению ,IMK-Na, гидрела,дигидрела методом спектрофотометрии в воде,растительном материале (томаты,блоки,свекла).	267
Временные методические указания по определению лонтре-ла в воде, почве и растениях методом газо-жидкостной хроматографии	275
Временные методические указания по определению павлана 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-спектро-Фотометрии с использованием тонкослойной хроматографии	305
Методические указания по фотометрическому определению эдина в воде,растительном масле,семенах подсолнечника, траве	311
Методические указания по определению остаточных количеств пинеба 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-флуоресцентным методом.	331