

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 :

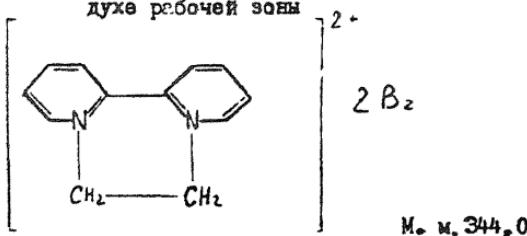
Л.Г. Александрова, Д.В. Гиренко, А.А. Калинина (секретарь),
М.А. Клисенко (председатель), Г.И. Короткова, Г.А. Ххолькова (зам. председателя), В.Е. Кривенчук.

"УГНЕРДАГ"

Заместитель Главного Государственного санитарного врача
СССР

А.И.Заниченко
"22" 10 1981 г.
№ 2462-81

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
по фотометрическому измерению концентраций диквата в воздухе рабочей зоны



Дикват (действующее начало - 1,1'- этилен-2,2'-дипиридиний-броний) - бесцветное до желтого кристаллическое вещество, разлагается при температуре выше 300°C. Растворимость при 20°C 700 г/1 л воды. Вещество незначительно растворимо в спиртах, практически нерастворимо в неполярных органических растворителях. Препарат нелетуч, устойчив в кислых и нейтральных растворах, неустойчив в щелочной среде. Выпускается в виде водного раствора, содержащего 20% действующего вещества. При применении может находиться в воздухе в виде аэрозоля.

I. ХАРАКТЕРИСТИКА МЕТОДА

I. Определение основано на фотометрировании окрашенного раствора свободных радикалов, образующихся в результате восст-

новления диквата гидросульфитом натрия в щелочной среде.

2. Отбор проб проводится с концентрированием (фильтр бумажный "синяя лента").

3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы - 5 мкг.

4. Предел измерения в воздухе - 0,025 мг/м³ (при отборе 250 л воздуха).

5. Диапазон измеряемых концентраций - 0,025 мг/м³ - 0,25 мг/м³.

6. Определение не мешают хлорогорганические и фосфорогорганические пестициды.

7. Граница суммарной погрешности измерения $\pm 19,7\%$.

8. Предельно допустимая концентрация диквата в воздухе рабочей зоны - 0,1 мг/м³.

II. РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ, МАТЕРИАЛЫ

Дикват, х.ч.

Дистилированная вода

Гидроокись натрия, х.ч., ГОСТ 4328-77, 0,3 н. водный раствор

Гидросульфит натрия, х.ч., ГОСТ 245-76

Метабисульфит натрия, х.ч., ГОСТ 10575-76

Фильтры бумажные обеззоленные ("синяя", "красная лента"), ТУ 6-09-1678-77.

Восстанавливающий реагент. Растворяют 0,2 г гидросульфита и 0,2 г метабисульфита натрия в 100 мл 0,3 н. раствора гидроокиси натрия. Используют свежеприготовленный раствор - в течение 1 часа после приготовления.

Стандартный раствор диквата, содержащий 100 мкг/мл действующего начала, готовят растворением соответствующей навески препарата в воде в мерной колбе на 100 мл. Хранят раствор в затемненном месте в холодильнике. Раствор устойчив в течение 2 месяцев.

II. ПРИБОРЫ И ПОСУДА

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56 ПМ

Аспирационное устройство

Фильтродержатели

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТу 1770-74.

Колбы конические с прилипанными пробками, ГОСТ 10394-72, ёмкостью 25-50 мл.

IV. УСЛОВИЯ ОТБОРА ПРОБ ВОЗДУХА

Воздух со скоростью 10 л/мин. протягивают через бумажный фильтр ("синяя лента"), укрепленный в фильтродержателе. Для определения I/4 предельно допустимой концентрации следует отобрать 250 л воздуха. Срок хранения отобранных проб - 5 суток.

V. УСЛОВИЯ АНАЛИЗА

Фильтр переносят в стакан, приливают 20,5 мл дистиллированной воды и оставляют на 5-10 мин. для извлечения диквата. Полученный раствор фильтруют через небольшой бумажный фильтр ("красная лента") в коническую колбу с пришлифованной пробкой, прибавляют 4 мл восстановленного реактива, перемешивают и измеряют оптическую плотность окрашенного раствора (зеленовато-желтый цвет) на фотозлектроколориметре ФЭК-56 ПМ со светофильтром № 3 в 5-ти сантиметровых кюветах против раствора, полученного аналогичной обработкой чистого фильтра, с добавлением восстановленного реактива.

Содержание диквата в анализируемом объеме воздуха определяют по предварительно построенному калибровочному графику в пределах 5-100 мкг.

Для построения графика в ряд конических колб с притертой пробкой берут по 10 мл дистиллированной воды, вносят туда по 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 мл стандартного раствора, что соответствует содержанию 5, 10, 25, 50, 75, 100 мкг диквата, объем раствора доводят до 20 мл, приливают по 4 мл восстановленного реактива и поступают, как описано выше. Калибровочный график строят в координатах "оптическая плотность - количество диквата в 20 мл дистиллированной воды".

Концентрация диквата в воздухе рабочей зоны в мг/м³ вычисляется по формуле:

$$X = \frac{C}{V_{20}}, \text{ где:}$$

C - количество диквата, найденное в анализируемом объеме пробы мкг;

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

У1. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При работе с дикватом требуется соблюдать меры предосторожности, предусмотренные инструкцией по технике безопасности при работе с ядохимикатами. Необходимо соблюдать обычные правила безопасности при работе с электронагревательными приборами и электроизмерительными приборами.

У11. Разработчики.

РЕВА Н.И., МАКОВСКИЙ В.Н.
ВНИИГИДТОКС, г. Киев.

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