

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

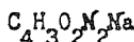
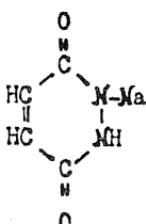
А.И.Заиченко

"24" августа

1983 г.

№ 2849-83

Временные методические указания
по фотометрическому измерению концентраций ГМК-На
в воздухе рабочей зоны



М.м. I34

ГМК-На (действующее начало – гидразид малениновой кислоты, 3-оксипиридион-6) – белое кристаллическое вещество с т.пл. 300–310°C (с расположением). Препарат ГМК-На хорошо растворяется в воде. Препарат практически нелетуч. Применяется в виде 40–80% водных растворов. При применении может находиться в воздухе в виде аэрозоля.

I. Характеристика метода

1. Определение основано на щелочном гидролизе препарата до гидразина, перегонке последнего с водяным паром, колориметрической реакции с п-диметиламинобензальдегидом и фотометрировании продукта реакции при длине волны 455нм.
2. Отбор проб проводится с концентрированием (аэрозольный фильтр АФА-ХА-20).
3. Предел измерения в воздухе - 0,15мг/м³ (при отборе 20л воздуха).
4. Предел измерения: в анализируемом объеме (40мл) – 3мкг.
5. Диапазон измеряемых концентраций 0,15 – 5,0мг/м³

6. Определению ГМК-Ма мешают вещества, дающие цветную реакцию с п-диметиламиноbenзальдегидом - высшие спирты, первичные амины, препараты дающие при щелочном гидролизе летучие амины (гидрол, дигидрол, ДДК и др.).
7. Граница суммарной погрешности измерения $\pm 16,8\%$, среднее значение определения стандартных количеств препарата (\bar{C}) при $n=5$ - 79% ; стандартное отклонение (S) - $3,1\%$; доверительный интервал среднего при $p=0,95$ и $n=5$ - $+3,85\%$; относительное стандартное отклонение (S_z) - $3,92\%$.
8. ОБУВ и ПДК ГМК-Ма не установлены.

II. Реактивы, растворы, материалы

ГМК-Ма, хч

Натрий едкий, хч, ГОСТ 4328-77

Серная кислота, хч, ГОСТ 4204-77, Зн водный раствор

Цинковая пыль

п-Диметиламиноbenзальдегид, чда, ТУ6-09-7272-77, 4%-ный раствор в Зн серной кислоте, готовят непосредственно перед употреблением

Стандартный раствор ГМК-Ма с содержанием 100мкг/мл готовят из хч вещества растворением в воде. Раствор устойчив в течение месяца при хранении в холодильнике.

Фильтры аэрозольные АФА-ХА-20.

III. Приборы и посуда

Спектрофотометр

Аспирационное устройство, ТУ64-1-862-77

Фильтродержатели

Колбы мерные со шлифом на 100мл, ГОСТ 1770-74

Стаканы химические на 50 и 100мл, ГОСТ 10394-72

Колба круглодонная КШ-1000-29/32 ТС, ГОСТ 10394-72

Холодильник шариковый ХШ6, ГОСТ 9499-70

Колба-парообразователь Кн-2000-50 ТС, ГОСТ 10394-72

Соединительные трубы полихлорвиниловые

Каплеуловитель КОБОТС, ГОСТ 10359-75

Насадка от склянки СН2-50, ГОСТ 10378-73

Керн КМОИШ 14/23, ГОСТ 9425-71

Мензуруки 50, ГОСТ 1770-74

IV. Условия отбора проб воздуха

Исследуемый воздух со скоростью 5л/мин аспирируют через фильтр АФА-ХА-20. Для чувствительного определения препарата необходимо отобрать 20л.

V. Условия анализа

В 1л дистилляционную колбу помещают 25г едкого натра, 15г цинковой пыли, фильтры и закрывают насадкой. Колбу помещают над плитой, покрывают стеклотканью или асбестом и посредством соединительных трубок присоединяют к парообразователю с каплеуловителем с одной стороны и к холодильнику с другой. Конец холодильника опущен в приемник с реагентом. В приемник наливают 5мл 4%-ного раствора диметиламинобензальдегида в Зн серной кислоте. Отгонку проводят со скоростью 1 капля - 1-2 сек и продолжают до тех пор, пока объем жидкости в приемнике будет равен 40мл. Через 15 минут после отгонки раствор фотометрируют на спектрофотометре при длине волны 455нм против холостого опыта. Содержание ГМК-На определяют по предварительно построенному калибровочному графику. Для построения калибровочного графика готовят шкалу стандартов (табл. I) аналогично пробам, т.е. в колбу для дистилляции вносят фильтры с начесенными на них определенными количествами стандартного раствора ГМК-На, добавляют 25г едкого натра, 15г цинковой пыли, а в приемник наливают 5мл 4%-ного раствора п-диметиламинобензальдегида в Зн серной кислоте. Собирают 40мл дистиллята.

Таблица I.

Шкала стандартов для построения калибровочной кривой

№ пп	:	1	:	2	:	3	:	4	:	5	:	6	:	7
К-во стандартного р-ра ГМК-На 100мкг/мл, мл	:	0,03	:	0,1	:	0,2	:	0,4	:	0,5	:	0,7	:	1
Содержание ГМК-На, мкг	3	10	20	40	50	70	100							
К-во дистиллята, мл	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	
Концентрация ГМК-На, мкг/мл	0,075	0,25	0,5	1	1,25	1,75	2,5							

Измеряют оптическую плотность окрашенных в розовый цвет растворов и строят график, откладывая по оси абсцисс концентрации ГМК-На

в мкг/мл, а по оси ординат значения оптической плотности.

Концентрацию ГМК-Ма в воздухе (X) в $\text{мг}/\text{м}^3$ рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{C \cdot Y}{Y_{20}} \quad , \text{ где}$$

C - концентрация ГМК-Ма в дистилляте, найденная по графику, мкг/мл;

Y - объем дистиллята, мл;

Y_{20} - объем отобранного воздуха, приведенный к стандартным условиям, л.

VI. Требования безопасности

Необходимо соблюдать правила предосторожности при работе с ядовитыми веществами и щелочами.

VII. Разработчики.

Бунятян Д.А., Петросян М.С., Армянский филиал ВНИИГИГТОКС-а,
г. Ереван;

Блиновский И.К., ТСХА, г. Москва.

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
Раундана	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 металлического хлорида (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 количеств 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