

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"

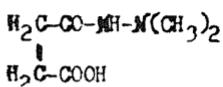
Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР

А.И.Заиченко

"24" августа 1963 г.

12855-83

Временные
методические указания
по фотометрическому измерению концентраций
алара в воздухе рабочей зоны.



М.м. 160,2

Алар (даминосил, действующее начало- *N,N*-диметилгидразин, ин-
тарной кислоты) - белое кристаллическое вещество, Т.пл. 154-156⁰С.
Растворимость в воде: 10мг/л. Хорошо растворим в большинстве орга-
нических растворителей, плохо растворим в алифатических углеводородах. Практически нелетуч. Агрегатное состояние в воздухе при
применении - аэрозоль.

I. Характеристика метода

1. Определение основано на взаимодействии образующегося при щелоч-
ном гидролизе алара несимметричного диметилгидразина с пента-
цианоаммоферратом натрия и фотометрировании окрашенных в ро-
зовый цвет растворов продукта взаимодействия.
2. Отбор проб проводится с концентрированием (фильтр "силия лента")
3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы - 20мкг
4. Предел измерения в воздухе - 0,8мг/м³ (при отборе 25л воздуха).
5. Диапазон измеряемых концентраций - 0,8-2,0мг/м³.
6. Определение мешают иные регуляторы роста (гидрэл, дигидрэл,
ГМК), являющиеся, как и алар, гидразиновыми солями.
7. Граница суммарной погрешности измерения - ± 15%.
8. Ориентировочно безопасный уровень воздействия алара в воздухе

рабочей зоны-1,7мг/м³.

II. Реактивы, растворы, материалы

Алар, хч

Натр ёдкий, хч, ГОСТ 4328-77, 50%-ный водный раствор

Цинк гранулированный, чда, ГОСТ 989-75

Титан треххлористый, чда, ГОСТ 311-78, 15%-ный раствор

Парафин, ч, ТУ6-09-3637-74

Лимонная кислота, хч, ГОСТ 3652-69, 2%-ный водный раствор

Этиловый спирт, хч, ТУ6-09-1710-77, 96%.

Фенолфталеин, чда, ГОСТ 5850-77, 0,01%-ный раствор в этиловом спирте

Натрий нитропруссид, чда, ГОСТ 4218-77

Аммиак водный, чда, ГОСТ 3760-78, 25%-ный раствор

Фильтры бумажные "синяя лента", ТУ 6-09-1678-77

Пентацианоамминоферроат натрия, 0,1%-ный водный раствор:

1. Получение реактива: 5-10г нитропруссида натрия растирают в ступке, добавляют 20-40мл 25% раствора аммиака и оставляют в холодильнике на 5-6 часов. Затем к смеси приливают 20-40мл этилового спирта. Образующийся пентацианоамминоферроат натрия отывают на воронке от избытка аммиака этиловым спиртом (осадок высыхать не должен). Промытое вещество переносят в темную склянку, заливают спиртом и хранят в холодильнике (не более трех месяцев); 2. Приготовление 0,1%-ного водного раствора. Для приготовления 0,1% раствора пентацианоамминоферроата натрия необходимое количество его отжимают между слоями фильтровальной бумаги, взвешивают и растворяют в воде. Раствор пригоден в течение суток.

Стандартный раствор алара концентрации 25мкг/мл, готовят растворением хч вещества в воде. Раствор устойчив в течение 3 месяцев.

III. Приборы и посуда

Спектрофотометр СФ-26

Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-77

Фильтродержатели

Колбы круглодонные, ГОСТ 10394-72 на 1л

Холодильники типа ХЛТ-КМ 400 14/23-14/23, ГОСТ 9409-71

Изгиб И < 105°КМ КМ 14/23-14/23, ГОСТ 9425-71

Каплеуловитель типа КОШ60, ГОСТ 10359-75
 Фарфоровая ступка с постиком, ГОСТ 9147-73
 Воронки, ГОСТ 8613-75
 Мензурки, ГОСТ 1770-74, на 100мл
 Пипетки, ГОСТ 20292-74, на 0,1мл

IV. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 5л/мин аспирируют через бумажный фильтр "синяя лента". Для определения I/2 ОБУВ достаточно отобрать 25л воздуха.

V. Условия анализа.

Фильтры переносят в литровую колбу установки для дистилляции, приливают 250мл 50%-ного раствора едкого натра, 6,3мл 15%-ного раствора титана треххлористого, добавляют 1г гранулированного цинка и 7г парафина, присоединяют каплеуловитель, холодильник и изгиб. Приемником служит мензурка на 100мл, в которую наливают 10мл 2%-ной лимонной кислоты, добавляют 1-2 капли фенолфталеина. Изгиб опускают в мензурку так, чтобы конец его был погружен в раствор лимонной кислоты. Нагревают содержимое колбы, собирают 80мл дистиллята. Если в ходе перегонки дистиллят розовеет, то окраску устраниют добавлением раствора лимонной кислоты. После отгонки, pH дистиллята доводят до "5" с помощью лимонной кислоты и добавляют 5мл 0,1%-ного раствора пентаминоаминоферроата натрия. Окраска растворов стабилизируется по истечении 3-х часов при комнатной температуре, поэтому фотометрирование проб и членов шкалы проводят через 3 часа после прибавления раствора пентаминоаминоферроата натрия. Фотометрируют в кюветах с толщиной слоя 1см при длине волны 600нм по сравнению с контролем, который готовят одновременно и аналогично пробам. Содержание алара определяют по предварительно построеному калибровочному графику. Для построения калибровочного графика готовят шкалу стандартов (табл. I) аналогично пробам, т.е. в колбу для дистилляции добавляют определенный объем стандартного раствора алара, 250мл 50%-ного раствора едкого натра, 6,3мл 15%-ного раствора титана треххлористого, 1г гранулированного цинка и 7г парафина, а в приемник наливают 10мл 2%-ной лимонной кислоты и 1-2 капли фенолфталеина. Собирают 80мл дистиллята.

Таблица I.

Шкала стандартов для построения калибровочной кривой

№ пп	: 1	: 2	: 3	: 4	: 5	: 6
К-во стандартного раствора алара (25 мкг/мл), мл	0,8	1,0	1,2	1,4	1,6	2,0
Содержание алара, мкг	20	25	30	35	40	50
К-во дистиллята, мл	80	80	80	80	80	80
Концентрация алара, мкг/мл	0,25	0,3125	0,375	0,4375	0,5	0,625

Измеряют оптическую плотность окрашенных в розовый цвет растворов и строят график, откладывая по оси абсцисс концентрации алара в мкг/мл, а по оси ординат значения оптической плотности.

Концентрацию алара в воздухе (X) в мг/м³ рассчитывают по формуле:

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

G - концентрация алара в дистилляте, найденная по графику, мкг/мл;

Y - объем дистиллята, мл;

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

У¹. Требования безопасности

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

У¹¹. Разработчики.

Бунятян Д.А., Мурадян А.Г., Армянский филиал ВНИИГИМТОКС-а,
г. Ереван.

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
Беномида 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, фенмедедифама, ленапила, фосфамида и пиразона	77
Дигидрела	89
Дикват	93
Зоокумагина	97
Карбодурана	100
Крочетона	104
Менида и 3-хлор-4-метиленапирина	108
Метазина и компонентов тиробицидной смеси "карагард" .	113
Митака	118
Офунака	124
Пликтрана	128
Ратнидана	132
Раунидана	138
Роврала	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

Автоодержание пестицида	стр.
Методические указания по хроматографическому определению буторакбоксона в почве, воде и растительном материале	260
Методические указания по определению 1МК-На, 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 эдила в воде, растительном масле, семенах подсолнечника, траве	311
Методические указания по определению остаточных количеств пинеба в сушених 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