

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

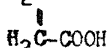
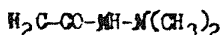
А.И.Зайченко

"24" августа 1983 г.

№ 2855-83

**Временные
Методические указания**

по фотометрическому измерению концентраций
алара в воздухе рабочей зоны.



М.м. 150,2

Алар (ламинозид, действующее начало - *N,N*-диметилгидразид янтарной кислоты) - белое кристаллическое вещество, Т.пл. 154-156°C. Растворимость в воде: 10 мг/л. Хорошо растворим в большинстве органических 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 щелочном гидролизе алара несимметричного диметилгидразина с пентацианоаминиферратом натрия и фотометрированием окрашенных в розовый цвет растворов продукта взаимодействия.
2. Отбор проб проводится с концентрированием (фильтр "синяя лента").
3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы - 20 мкг
4. Предел измерения в воздухе - 0,8 мг/м³ (при отборе 25 л воздуха).
5. Диапазон измеряемых концентраций - 0,8-2,0 мг/м³.
6. Определению мешают иные регуляторы роста (гидрел, дигидрел, ГМК), являющиеся, как и алар, гидразинсодержащими 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 едкий, 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

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

1. Получение реактива: 5-10г нитропруссид 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 пентацианоаминоферроат натрия отжимают на воронке от избытка аммиака этиловым спиртом (осадок высушить 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 пентацианоаминоферроата натрия необходимое количество его отжимают между слоями фильтровальной бумаги, взвешивают и растворяют в воде. Раствор пригоден в течение суток.

Стандартный раствор алара концентрация 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 ХПТ-КШ 400 14/23-14/23, ГОСТ 9409-71

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

Каплеуловитель типа КОУШ60, ГОСТ 10359-75
 Фарфоровая ступка с пестиком, 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 1/2 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 устраняют добавлением раствора лимонной кислоты. После отгонки, pH дистиллята доводят до "5" с помощью лимонной кислоты и добавляют 5мл 0,1%-ного раствора пентацианоаминферроата 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 пентацианоаминферроата натрия. Фотометрируют в кюветах с толщиной слоя 1см при длине волны 600nm по сравнению с контролем, который готовят одновременно и аналогично пробам. Содержание алара определяют по предварительно построенному 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 (25мкг/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 $\text{мг}/\text{м}^3$ рассчитывают по формуле:

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

G — концентрация алара в дистилляте, найденная по графику, $\text{мкг}/\text{мл}$;

V — объем дистиллята, мл;

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

VI. Требования безопасности

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

VII. Разработчики.

Бунятян Ю.А., Мурадян А.Г., Армянский филиал ВНИИГИРТОКС-а, г. Ереван.

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
Бутокарбосима	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, сумипирдин)	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
---	-----

Азотодержащие пестициды

стр.

Методические указания по хроматографическому определению бутаракбоксида 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 паварлана 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