

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.

лучших способов:

- а) обработка проявляющим реактивом М1, УФ-облучение в течение 5 минут и опрыскивание 0,5% водным раствором лимонной кислоты;
- б) УФ-облучение в течение 10 минут и обработка проявляющим реактивом М2;
- в) Обработка 0,2н раствором серной кислоты, УФ-облучение в течение 10 минут и обработка проявляющим реактивом М3.

При наличии пликтрана в пробе, на хроматограмме, обработанной гематоксилином появляются сиреневые пятна на розовом фоне; парокатехоловым фиолетовым - синие пятна на светлокоричневом фоне; кверцетином - интенсивно-желтые пятна на светлом фоне, с $R_f = 0,76 \pm 0,01$.

Количество вещества в пробе находят по калибровочному графику, отражающему зависимость площади пятна от концентрации пликтрана в пробе ($S_{\text{пл}} = f(C)$). Для построения калибровочного графика поступают следующим образом: на ряд пластинок наносят стандартные растворы пликтрана с содержанием 0,5; 1; 2.....30мкг вещества. Развивают и обрабатывают хроматограммы, как описано выше. Затем в отраженном свете при помощи денситометра снимают денситограмму площади пятен и строят график зависимости площади пятна от концентрации пликтрана. Линейная зависимость функции $S_{\text{пл}} = f(C)$ сохраняется в пределах 0,5 - 30мкг.

Определяя денситометрически площадь исследуемого пятна по графику находят содержание пликтрана в пробе.

Концентрацию пликтрана (X) в воздухе в $\text{мг}/\text{м}^3$ рассчитывают по формуле

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

g - количество пликтрана в пробе, мкг;

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

VI. Требования безопасности

Меры предосторожности при работе с пликтраном - как со среднетоксичными пестицидами. Выполнять требования по технике безопасности при работе в химической лаборатории.

VII. Разработчики.

Бунятян Ю.А., Оганесян Г.О.,
Армянский филиал ВНИИГИНТОКС-а, г. Ереван.

"УТВЕРЖДАЮ"

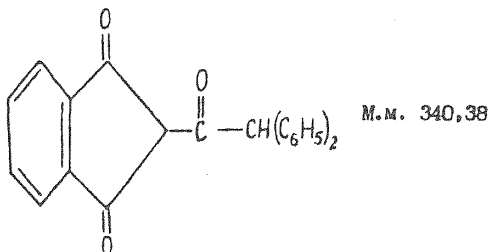
Заместитель Главного
Государственного врача СССР

А.И. Заиченко

"24" августа 1983 г.

2873-83

Методические указания
по спектрофотометрическому измерению концентраций
ратиндана в воздухе рабочей зоны



Ратиндан /дифацион, действующее начало - 2-дифенилацетимидиндан-дигидро-1,3/ - желтый кристаллический порошок без вкуса и запаха с $T_{пл.} 145^{\circ}-147^{\circ}C$. В воде не растворим, трудно растворим в спирте. Хорошо растворим в ацетоне, димоксане, хлороформе, бензоле. Препарат нелетуч и стабилен во внешней среде, в воздухе находится в виде аэрозоля.

I. Характеристика метода

I. Определение основано на взаимодействии ратиндана с хлорным

железом и измерении оптической плотности образующегося окрашенного в желтый цвет продукта реакции в видимой области спектра.

2. Отбор проб проводится с концентрированием /фильтр "синяя лента"/.

3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы—10 мкг.

4. Предел измерения в воздухе—0,05 мг/м³ /при отборе 335 л воздуха/.

5. Диапазон измеряемых концентраций — 0,05 мг/м³ — 1,1 мг/м³.

6. Определению не мешают метиловый спирт, бензол, а также производные индандионового ряда.

7. Граница суммарной погрешности измерения—±13%.

8. Предельно допустимая концентрация ратиндана в воздухе 0,1 мг/м³.

II. Реактивы, растворы, материалы

Ратиндан, х.ч., ГОСТ 1906-77 /перекристал./.

Хлорное железо, ГОСТ 4147-74, 3%-ный раствор.

Уксусная кислота, ГОСТ 61-75, х.ч., 95% /99,5%/.

Ацетон перегнанный, х.ч., ГОСТ 2303-79

Стандартный раствор ратиндана №1 с содержанием 1000 мкг/мл готовят растворением 100 мг ратиндана в ацетоне в мерной колбе ёмкостью 100 мл.

Стандартный раствор №2, содержащий 200 мкг/мл ратиндана, готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора №1 ацетоном.

Стандартные растворы устойчивы один месяц.

III. Приборы и посуда

Спектрофотометр СФ-16, спектромо-204, фотоэлектроколориметр-56ПМ.
Аспирационное устройство.

Фильтродержатели.

Фильтры беззольные "синяя лента", ТУ 6-09-1678-77.

Пробирки колориметрические с притупленной пробкой, ГОСТ 1770-64 /1,5:15 см/.

Посуда стеклянная химическая, ГОСТ 1770-74.

IV. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 15 д/мин аспирируют через беззольный фильтр "синяя лента", помещенный в фильтродержатель. Для определения 1/2 ПДК необходимо отобрать 335 литров воздуха. Срок хранения отобранных проб - один год.

V. Условия анализа

Фильтры с отобранной пробой переносят в химический стакан ёмкостью 50 мл и промывают 5 мл ацетона дважды порциями по 2,5 мл и оставляют на 5 минут. После каждого промывания жидкость сливают и фильтр отжимают стеклянной палочкой.

Пробы в количестве 3 мл вносят в колориметрические пробирки, приливают по 0,2 мл 3%-го раствора хлорного железа и через 5 минут добавляют по 0,1 мл уксусной кислоты /рН=4/. Объём раствора доводят до 5 мл ацетоном, перемешивают и через 10 минут фотометрируют в кюветках с толщиной слоя 1 см при длине волны 420 нм. Контрольным раствором служит смыв с чистого фильтра ацетоном. Содержание ратиндана в анализируемом объёме определяют по предварительно построенному калибровочному графику. Для построения калибровочного графика готовят шкалу стандартов согласно таблице I.

Шкала стандартов

Таблица I

№ стандарта	Стандартный раствор ратицидана 200 мкг/мл	Раствор хлорного железа мл	Уксусная кислота мл	..детов мл	Содержание ратицидана в мкг
1	0	0,2	0,1	4,7	0
2	0,05	0,2	0,1	4,65	10'
3	0,1	0,2	0,1	4,6	20
4	0,3	0,2	0,1	4,4	60
5	0,5	0,2	0,1	4,2	100
6	0,7	0,2	0,1	4,0	140
7	0,9	0,2	0,1	3,8	160
8	1,1	0,2	0,1	3,6	220

Шкалой стандартов можно пользоваться для визуального определения. Её готовят в колориметрических пробирках одновременно с пробами.

Шкала стандартов устойчива в течение 24 часов.

Концентрацию ратицидана в воздухе (X) в $мг/м^3$ вычисляют по формуле

де

$$X = \frac{y \cdot V_1}{V \cdot V_{20}}$$

где:

y - количество ратицидана, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;

V_1 - общий объем пробы, мл;

V - объем пробы, взятый для анализа, мл;

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

VI. Требования безопасности

Меры предосторожности при работе с ратинданом как сильноотоксичным пестицидом

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

VII. Разработчики

Таталашвили Н.С., Зиракишвили Э.В.

НИИ гигиены труда и профзаболеваний им.Н.И.Махвиладзе Минздрава Грузинской ССР.

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
Бутилдиактаса	52
Бутокарбоксима	59
Гидрела	63
ГМК-Na	66
Даконила	70
Диавинона, эптама, гамма-изомера ГХЦ, феномедидифама, ленашила, фосфамида и пиразона	77
Дигидрела	89
Диквата	93
Зоокумарина	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, сумицидин)	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- З и его метаболитов в биоматериале методом газо- жидкостной хроматографии	252
---	-----

Азотосодержащие пестициды

	стр.
Методические указания по хроматографическому определению бутораббоксима в почве, воде и растительном материале	260
Методические указания по определению . . . ИМК-Ма, 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 паврлана 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 эдила в воде, растительном масле, семенах подсолнечника, траве	311
Методические указания по определению остаточных количеств пинбеа 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 вирин-КШ на растительных объектах иммуно-флюоресцентным методом . . .	331