

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.

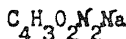
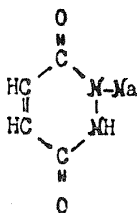
"Утверждаю" .

Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР

А.И. Заиченко

"24" августа 1983 г.№ 2849-83

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



М.м. 134

ГМК-Ма (действующее начало - гидразид малеиновой кислоты, 3-оксипиридазон-6) - белое кристаллическое вещество с т.пл. 300-310°С (с разложением). Препарат ГМК-Ма 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) $\frac{1}{3}$ Змкг.
5. Диапазон измеряемых концентраций 0,15 - 5,0мг/м³

6. Определению ГМК-Ма мешают вещества, дающие цветную реакцию с п-диметиламинобензальдегидом - высшие спирты, первичные амины, препараты дающие при щелочном гидролизе летучие амины (гидрал, дигидрал, ДЖК 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 $n=5$ - $\pm 3,85\%$; относительное стандартное отклонение (S_2) - $3,92\%$.
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, 3н водный раствор

Цинковая пыль

п-Диметиламинобензальдегид, чда, ТУ6-09-7272-77, 4%-ный раствор в 3н 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 КИШ-1000-29/32 ТС, ГОСТ 10394-72

Холодильник шариковый ХШ6, ГОСТ 9499-70

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

Соединительные трубки полихлорвиниловые

Каплеуловитель КО60ТС, ГОСТ 10359-75

Насадка от склянки СН2-50, ГОСТ 10378-73

Керн КИОКШ 14/23, ГОСТ 9425-71

Мензурки 50, ГОСТ 1770-74

Лаборатории, № 04-1-707-76
 Пипетки на 0,1, 0,2, 10мл, ГОСТ 20292-74
 Плиты электрические с закрытой спиралью

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 реактивом. В приемник наливают 5мл 4%-ного раствора диметиламинобензальдегида в 3н серной кислоте. Отгонку проводят со скоростью 1 капля в 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-Ма 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 начесанными на них определенными количествами стандартного раствора ГМК-Ма, добавляют 25г едкого натра, 15г цинковой пыли, а в приемник наливают 5мл 4%-ного раствора п-диметиламинобензальдегида в 3н 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-Ма 100мкг/мл, мл	0,03	0,1	0,2	0,4	0,5	0,7	1
Содержание ГМК-Ма, мкг	3	10	20	40	50	70	100
К-во дистиллята, мл	40	40	40	40	40	40	40
Концентрация ГМК-Ма, 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-Ма

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

Концентрацию ГМК-Ма в воздухе (X) в мг/м³ рассчитывают по формуле:

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

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

Y - объем дистиллята, мл;

Y₂₀ - объем отобранного воздуха, приведенный к стандартным условиям, л.

УІ. Требования безопасности

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

УІІ. Разработчики.

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

Блиновский И.К., ТСХА, г. Москва.

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
Бутилдиэптакса	52
Бутокарбоксива	59
Гидрела	63
ГМК-Na	66
Даконила	70
Диавинона, эптама, гамма-изомера ГХЦ, феномедидифама, ленапила, фосфамида и пиразона	77
Дигидрела	89
Диквата	93
Зоокумарина	97
Карбофурана	100
Крочетона	104
Менида и 3-хлор-4-метилэнилина	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