

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"

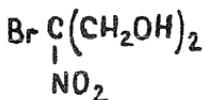
Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР

А. И. ЗАЙЧЕНКО

"24" августа 1983 г.

№ 2859-83

Методические указания
по фотометрическому измерению концентраций
бронокота в воздухе рабочей зоны.



М.м. 199,9

Бронокот (синоним - бронокот, действующее начало
2-бром-2-нитропропандиол-1,3) - белое кристаллическое вещество,
Т.пл. 130°C, технический продукт - темно-розового цвета.
Хорошо растворяется в этиловом спирте, хлороформе, ацетоне.
Агрегатное состояние в воздухе - пары и аэрозоль.

И. Характеристика метода.

1. Определение основано на разложении бронокота щелочью
о последующим определением нитрит-иона с реактивом Грисса-
Илювая.

2. Отбор проб проводится с концентрированием (фильтры
АФА-ВФ18 или АФА-ВФ20, силикагель АСМ-2).

3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы - 4 мкг.

4. Предел измерения в воздухе - 0,45 мг/м³ (при отборе
80 л воздуха).

5. Диапазон измеряемых концентраций - 0,45-4,5 мг/м³

6. Определению мешают окислы азота.

7. Граница суммарной погрешности измерения - ± 18%

8. Предельно допустимая концентрация бронокота в воздухе
рабочей зоны - 1,0 мг/м³.

II. Реактивы, растворы, материалы.

Дистиллированная вода

Спирт этиловый, 96%, ТУ 6-09-17-10-77

Ацетон, х.ч, ГОСТ 2603-79

Кали едкое, х.ч, ГОСТ 4203-65, 3% раствор

Кали едкое, х.ч, ГОСТ 4203-65, 1% раствор

Кислота серная, х.ч, ГОСТ 4204-77, 20% раствор

Кислота уксусная, х.ч, ГОСТ 18290-72, 10% раствор

Кислота сульфаниловая, ч.д.в., ГОСТ 582I-78

Фильтры АФА-ВФ18 или АФА-ВФ20

Кислота соляная, х.ч, ГОСТ 3118-77

Нафталин, ч.д.в., ТУ МХП 157I-47

Натрий азотистокислый, ч.д.в., ГОСТ 4197-75

Силикагель марки АСМ. Силикагель марки АСМ с величиной зерен 0,5-0,8 мм, обработанный разбавленной соляной кислотой в отношении 1:1 при нагревании в течении 3-4 часов. Промывает его водой до удаления иона хлора по реакции с азотнокислым серебром. Промытый силикагель сушат при температуре 105-110°C и затем 30 минут активируют при 200°C, хранят в склянках с притертой пробкой.

Реактив Грисса-Илосгеля, перед анализом смешивают растворы а и б:

а-0,5 г. сульфаниловой кислоты в 150 мл 10% уксусной кислоты.

б-0,1 г нафталина, кипятят в 20 мл воды в течении 3-х минут, бесцветную надосадочную жидкость сливают в цилиндр и доводят до 150 мл 10% уксусной кислоты. Растворы а и б хранят в темной склянке.

Стандартный раствор азотистокислого натрия, содержащий 100 мкг/мл; готовят растворением 15 мг азотистокислого натрия в 100 мл воды. Соответствующим разбавлением в 10 раз получают стандартный раствор содержащий 10 мкг/мл нитрит-иона.

Ш. Приборы и посуда

Фотоэлектроколориметр ФЭК М-57

Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-77

Фильтродержатели

Поглотительный прибор "Яворовской"

Чашки фарфоровые

Пипетки, ГОСТ 20292-74, на 1, 5 и 10 мл с ценой деления на 0,01; 0,05 и 0,1 мл

Колориметрические пробирки, плоскодонные из бесцветного стекла. Колбы конические с притертыми пробками, емкостью 100 мл.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 50 и 100 мл.

Баня водяная, ТУ 64-1-2850-76

ИУ. Условия отбора проб воздуха.

Воздух со скоростью 5 л/мин, аспирируют через последовательные соединенные фильтры АФА-В-18 или АФА-В-20 и поглощающий прибор Яворовской с силикагелем марки АСМ- 2 гр.

Для определения 1/2 ПДК следует отобрать 80 л воздуха.

У. Условия анализа.

Силикагель из поглощающего прибора переносят в пробирку с притертой пробкой, прибавляют 10 мл этанола и взбалтывают в течение 10 минут. Фильтр АФА переносят в колбу емкостью 100 мл с притертой пробкой, растворяют его в 40 мл ацетона, прибавляют 5 мл прозрачного этанольного раствора из пробирки. На анализ берут 5 мл раствора в фарфоровую чашку, прибавляют 3 мл 3% раствора едкого калия и кипятят на водяной бане.

Сухой остаток растворяют в 5 мл дистиллированной воды, переносят в пробирку, прибавляют 0,3 мл 20% серной кислоты и 1 мл реактива Грисса-Илюсвая. Взбалтывают после прибавления каждого реактива, через 30 минут фотометрируют на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром, в кювете с толщиной слоя 10 мм.

Параллельно с анализом проб строят калибровочный график, для построения которого готовят шкалу стандартов согласно таблице I.

Таблица I.

Шкала стандартов

№ стандартов	0	1	2	3	4	5	6	
Стандартный раствор нитрита натрия 10 мкг/мл, мл	0,0	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0	
1% раствор едкого калия, мл	5,0	4,9	4,8	4,6	4,4	4,2	4,0	
20% р-р серной кислоты, мл		по 0,3 мл в каждую пробирку						
Р-р Грисса-Илюсвая, мл		по 0,1 мл в каждую пробирку						
Содержание нитрит-иона, мкг	0,0	1,0	2,0	4,0	6,0	8,0	10,0	
Содержание бромокота, мкг согласно коэффициента пересчета 4,35	0,0	4,35	8,7	17,4	25,8	34,8	43,5	

Шкала устойчива в течении 10 часов.

Количество препарата в пробе определяют путем сравнения окраски пробы с окрашиванием в шкале стандартов при визуальном определении или при помощи фотоэлектроколориметра по калибровочному графику. Концентрацию бренокота в мг/м^3 воздуха (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G \cdot U_1}{U \cdot U_{20}}, \quad \text{где}$$

G- количество вещества, найденное в анализируемом объеме пробы, мг.

U_1 - общий объем пробы, мл

U- объем пробы взятый для анализа, мл

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

VI. Требования к безопасности

Соблюдать общие правила по технике безопасности при работе с легковоспламеняющимися летучими жидкостями.

VII. Разработчики.

А.Н. Холматов, А.И. Соловьева, УзНИИ санитарии, гигиены и профзаболеваний.

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, феномедифама, 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
---	-----

Азотоудержающие 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 вириин-КШ на растительных объектах иммуно-флюоресцентным методом	331