

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.ЗАЙЧЕНКО

24 августа 1983 г.

№ 2851-83

ВРЕМЕННЫЕ
МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ
ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ ЭДИЛА В ВОЗДУХЕ
РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Эмпирическая формула

$$(C_6H_8NO_3 \cdot C)_n \quad \text{где } n = 2 \div 12$$

Гербицид эдила представляет собой 45-50% водный раствор солей I, I'-диметил-4,4'-дипиридилия. Структура этих солей в настоящее время точно не установлена. Препарат не летуч, хорошо растворим в воде, метаноле, этаноле. Устойчив в кислых и нейтральных растворах, неустойчив в щелочной среде. Выпускается в виде раствора, содержащего 45% действующего вещества. При применении может находиться в воздухе в виде аэрозоля.

I. Характеристика метода

1. Определение основано на фотометрировании окрашенного раствора свободных радикалов, образующихся в результате восстановления действующего вещества эдила гидросульфитом натрия в щелочной среде.

2. Отбор проб воздуха проводится с концентрированием (бумажные обеззоленные фильтры "синяя лента").

3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы - 2,5 мкг.

4. Предел измерения в воздухе (при отборе 100 л воздуха) - 0,025 мг/м³.

5. Диапазон измеряемых концентраций 0,025 мг/м³ - 0,20 мг/м³

6. Определению не мешают хлорогранические и фосфорогранические пестициды.

7. Граница суммарной погрешности измерения $\pm 14,8\%$.

8. Предельно допустимая концентрация эдила в воздухе не установлена.

II. Реактивы, растворы, материалы

Эдил, 45% раствор

Натрий гидроокись, хч, ГОСТ 4328-77, IН водный раствор

Гидросульфит натрия, хч, ГОСТ 246-41

"Дистиллированная вода, ГОСТ 6702-72

Фильтры бумажные обеззоленные ("синяя лента", "красная лента"), ТУ 6-09-1678-77

Восстанавливающий реагент. Растворяют 1 г гидросульфита натрия в 100 мл IН раствора гидроокиси натрия. Используют свежеприготовленный раствор в течение 1 часа после приготовления.

Стандартный раствор эдила, содержащий 50 мкг/мл действующего вещества. Готовят растворением II, I мг препарата в дистиллированной воде в мерной колбе на 100 мл. Хранят раствор в затемненном месте в холодильнике. Раствор устойчив в течение 2 месяцев.

III. Приборы и посуда

Электроаспиратор для отбора проб воздуха, ТУ 64-1-862-77

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56 ПМ.

Посуда лабораторная стеклянная, ГОСТ 1770-74

Колбы конические с пришлифованными пробками, ГОСТ 10394-72, вместимостью 25-50 мл.

Фильтродержатели

IV. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 5 л/мин протягивают через бумажный обеззоленный фильтр ("синяя лента", диаметр 5-6 см), помещенный в фильтродержатель. Для анализа отбирают 100 л воздуха. Срок хранения отобранных проб - 5 суток.

V. Условия анализа

Фильтр переносят в стакан, приливают 20 мл дистиллированной

воды и оставляют на 10-15 минут. Полученный водный раствор фильтруют через наборный (диаметр 3 см) бумажный фильтр "красная лента" в коническую колбу с прилипкованной пробкой. Приливают туда 4 мл восстановленного реактива, перемешивают и измеряют оптическую плотность окрашенного раствора (голубой) на фотоэлектроколориметре ФЭК-56 ПИ со светофильтром № 8 (красный) в 5-сантиметровых кюветах против раствора, полученного аналогичной обработкой чистого фильтра "синяя лента".

Ввиду нестабильности окраски измерение оптической плотности раствора проводят в течение 3-5 минут.

Содержание эдилла в анализируемом объеме воздуха определяют по предварительно построенному градуировочному графику в пределах 2,5-20,0 мкг.

Для построения графика в ряд конических колб с прикрепленной пробкой берут по 10 мл дистилированной воды, вносят туда по 0,05; 0,10; 0,20; 0,30; 0,40 мл стандартного раствора эдилла, что соответствует 2,5; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0 мкг действующего вещества.

Доводят объем в каждой колбе до 20 мл дистилированной водой, приливают по 4 мл восстановленного реактива и измеряют оптическую плотность растворов как описано выше. Градуировочный график строят в координатах "оптическая плотность-количество эдилла в 20 мл дистилированной воды".

Концентрацию эдилла в $\text{мг}/\text{м}^3$ воздуха (X) вычисляют по формуле

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

C - количество эдилла, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;

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

VI. Требования безопасности

Необходимо соблюдать требования безопасности, рекомендуемые для работы с ядовитыми веществами.

VII. Разработчики.

Макаридина А.М., Реза Н.И., ВНИИГИТОЖ, г. Киев

СОДЕРЖАНИЕ

I. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ В
ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ:

	стр.
Агелона и ситрина	3
Актеллика и примисида	8
Алара	13
Бензоилпропиола и этилового эфира N-3,4-дихлор- фенилаланина	17
Беномила 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, фенмединифама, ленапила, фосфамида и пиразона	77
Дигидрэла	89
Диквато	93
Зоокумагина	97
Карбофурана	100
Крошетона	104
Менида и 3-хлор-4-метиляпилина	108
Метазина и компонентов тиробицидной смеси "карагард" .	113
Митака	118
Офунака	124
Пликтрана	128
Ратнидана	132
Раундана	138
Ровраля	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 металлического хлорида (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 количеств 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 ,IMK-Na, 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 сушеных 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