

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 сани-
тарного врача СССР

А.И.ЗАИЧЕНКО

24 августа 1983 г.

№ 2851-83

**ВРЕМЕННЫЕ
МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ
ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ЭДИЛА В ВОЗДУХЕ
РАБОЧЕЙ ЗОНЫ**

Эмпирическая формула

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

Гербицид эдил представляет собой 45-50% водный раствор солей I, I'-диметил-4,4'-дипиридила. 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 хлорорганические и фосфорорганические 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, 1N 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 реактив. Растворяют 1 г гидросульфита натрия в 100 мл 1N раствора гидроокиси натрия. Используют свежеприготовленный раствор в течение 1 часа после приготовления.

Стандартный раствор эдила, содержащий 50 мкг/мл действующего вещества. Готовят растворением 11,1 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.

У. Условия анализа

Фильтр переносят в стакан, приливают 20 мл дистиллированной

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

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

Содержание эдила 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 притертой пробкой берут по 10 мл дистиллированной воды, вносят туда по 0,05; 0,10; 0,20; 0,30; 0,40 мл стандартного раствора эдила, что соответствует 2,5; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0 мкг действующего вещества.

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

Концентрацию эдила в мг/м³ воздуха (X) вычисляют по формуле

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

G - количество эдила, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;

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

УІ. Требования безопасности

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

УІІ. Разработчики.

Шмагидина А.М., Реза Н.И., Вилигинтокс, г. Киев

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, сумипридин) | 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, фенилтроексона 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 |
|---|-----|

Азотоудержающие пестициды

стр.

| | |
|---|-----|
| Методические указания по хроматографическому определению буторахлорима 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 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 пинабеа в сушеных овощах и плодах фотометрическим методом | 317 |

Биопрепараты

| | |
|---|-----|
| Временные методические указания по определению остаточных количеств препарата вирия-диприона на растительных объектах ИФ-методом | 325 |
| Временные методические указания по определению остаточных количеств биопрепарата вирия-КШ на растительных объектах иммуно-флюоресцентным методом. . | 331 |