

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

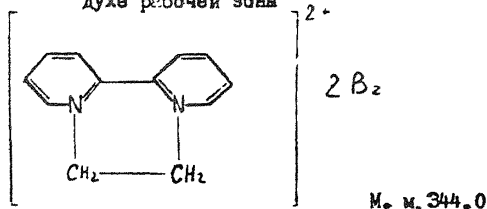
А.И. Заиченко

№ 22 от 10 1981 г.

# 2462-81

## МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по фотометрическому измерению концентраций диквата в воздухе рабочей зоны



Дикват (действующее начало — 1,1'-этилен-2,2'-дипиридилий-бромид) — бесцветное до желтого кристаллическое вещество, разлагается при температуре выше 300°C. Растворимость при 20°C 700 г/л воды. Вещество незначительно растворимо в спиртах, практически нерастворимо в неполярных органических растворителях. Препарат нелетуч, устойчив в кислых и нейтральных растворах, неустойчив в щелочной среде. Выпускается в виде водного раствора, содержащего 20% действующего вещества. При применении может находиться в воздухе в виде аэрозоля.

## I. ХАРАКТЕРИСТИКА МЕТОДА

I. Определение основано на фотометрировании окрашенного раствора свободных радикалов, образующихся в результате восста-

новления диквата гидросульфитом натрия в щелочной среде.

2. Отбор проб проводится с концентрированием (фильтр бумажный "синяя лента").

3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы - 5 мкг:

4. Предел измерения в воздухе -  $0,025 \text{ мг/м}^3$  (при отборе 250 л воздуха).

5. Диапазон измеряемых концентраций -  $0,025 \text{ мг/м}^3$  -  $0,25 \text{ мг/м}^3$ .

6. Определению не мешают хлорорганические и фосфорорганические пестициды.

7. Граница суммарной погрешности измерения  $\pm 19,7\%$ .

8. Предельно допустимая концентрация диквата в воздухе рабочей зоны -  $0,1 \text{ мг/м}^3$ .

## П. РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ, МАТЕРИАЛЫ

Дикват, х.ч.

Дистиллированная вода

Гидроокись натрия, х.ч., ГОСТ 4328-77, 0,3 н. водный раствор

Гидросульфит натрия, х.ч., ГОСТ 248-76

Метабисульфит натрия, х.ч., ГОСТ 10575-76

Фильтры бумажные обеззоленные ("синяя", "красная лента"),

ТУ 6-09-1678-77.

Восстанавливающий реактив. Растворяют 0,2 г. гидросульфита и 0,2 г. метабисульфита натрия в 100 мл 0,3 н. раствора гидроокиси натрия. Используют свежеприготовленный раствор - в течение 1 часа после приготовления.

Стандартный раствор диквата, содержащий 100 мкг/мл действующего начала, готовят растворением соответствующей навески препарата в воде в мерной колбе на 100 мл. Хранят раствор в затемненном месте в холодильнике. Раствор устойчив в течение 2 месяцев.

## И. ПРИБОРЫ И ПОСУДА

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56 ПМ

Аспирационное устройство

Фильтродержатели

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТу 1770-74.

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

#### IV. УСЛОВИЯ ОТБОРА ПРОБ ВОЗДУХА

Воздух со скоростью 10 л/мин. протягивают через бумажный фильтр ("синяя лента"), укрепленный в фильтродержателе. Для определения  $1/4$  предельно допустимой концентрации следует отобрать 250 л воздуха. Срок хранения отобранных проб - 5 суток.

#### V. УСЛОВИЯ АНАЛИЗА

Фильтр переносят в стакан, приливают 20,5 мл дистиллированной воды и оставляют на 5-10 мин. для извлечения диквата. Полученный раствор фильтруют через небольшой бумажный фильтр ("красная лента") в коническую колбу с пришлифованной пробкой, прибавляют 4 мл восстанавливающего реактива, перемешивают и измеряют оптическую плотность окрашенного раствора (зеленоватожелтый цвет) на фотозлектроколориметре ФЭК-56 ПМ со светофильтром № 3 в 5-ти сантиметровых кюветах против раствора, полученного аналогичной обработкой чистого фильтра, с добавлением восстанавливающего реактива.

Содержание диквата в анализируемом объеме воздуха определяют по предварительно построенному калибровочному графику в пределах 5-100 мкг.

Для построения графика в ряд конических колб с притертой пробкой берут по 10 мл дистиллированной воды, вносят туда по 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 мл стандартного раствора, что соответствует содержанию 5, 10, 25, 50, 75, 100 мкг диквата, объем раствора доводят до 20 мл, приливают по 4 мл восстанавливающего реактива и поступают, как описано выше. Калибровочный график строят в координатах "оптическая плотность - количество диквата в 20 мл дистиллированной воды".

Концентрация диквата в воздухе рабочей зоны в мг/м<sup>3</sup> вычисляют по формуле:

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

$G$  — количество диквата, найденное в анализируемом объеме пробы мкг;

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

## УІ. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При работе с дикватом требуется соблюдать меры предосторожности, предусмотренные инструкцией по технике безопасности при работе с ядохимикатами. Необходимо соблюдать обычные правила безопасности при работе с электронагревательными приборами и электроизмерительными приборами.

## УІІ. Разработчики.

РЕВА Н.И., МАКОВСКИЙ В.Н.

ВНИИГИНТОКС, г. Киев.

## СОДЕРЖАНИЕ

## 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, сумипирдин) . . . . .	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- 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 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