

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.

дующих способов:

- а) обработка проявляющим реагентом №1, УФ-облучение в течение 5 минут и опрыскивание 0,5% водным раствором лимонной кислоты;
- б) УФ-облучение в течение 10 минут и обработка проявляющим реагентом №2;
- в) Обработка 0,2н раствором серной кислоты, УФ-облучение в течение 10 минут и обработка проявляющим реагентом №3.

При наличии пликтрана в пробе, на хроматограмме, обработанной гематоксилином появляются сиреневые пятна на розовом фоне; пирокатехоловым фиолетовым - синие пятна на светло-коричневом фоне; кверцетином - интенсивно-желтые пятна на светлом фоне, с  $R_f = 0,76 \pm 0,01$ .

Количество вещества в пробе находят по калибровочному графику, отражающему зависимость площади пятна от концентрации пликтрана в пробе ( $S \text{ mm}^2 = f(C)$ ). Для построения калибровочного графика поступают следующим образом: на ряд пластинок наносят стандартные растворы пликтрана с содержанием 0,5; 1; 2.....30 мкг вещества. Развивают и обрабатывают хроматограммы, как описано выше. Затем в отраженном свете при помощи денситометра снимают денситограмму площади пятен и строят график зависимости площади пятна от концентрации пликтрана. Линейная зависимость функции  $S \text{ mm}^2 = f(C)$  сохраняется в пределах 0,5 - 30 мкг.

Определяя денситометрически площадь исследуемого пятна по графику находят содержание пликтрана в пробе.

Концентрацию пликтрана (Х) в воздухе в  $\text{мг}/\text{м}^3$  рассчитывают по формуле

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

$g$  - количество пликтрана в пробе, мкг;

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

## У1. Требования безопасности

Меры предосторожности при работе с пликтраном - как со среднетоксичными пестицидами. Выполнять требования по технике безопасности при работе в химической лаборатории.

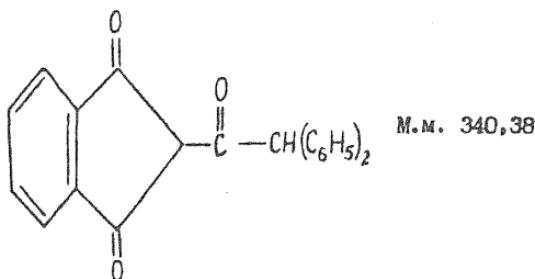
## У2. Разработчики.

Буняян Ю.А., Оганесян Г.О.,  
Армянский филиал ВНИИГИТОКС-а, г. Ереван.

"УТВЕРЖДАЮ"  
 Заместитель Главного  
 Государственного врача СССР

А.И.Зайченко  
 "24" августа 1983 г.  
12870-83

Методические указания  
 по спектрофотометрическому измерению концентраций  
 ратицидана в воздухе рабочей зоны



Ратицидан /дифенилон/, действующее начало – 2-дифенилацетилиденан-  
 дион-1,3/ – жёлтый кристаллический порошок без вкуса и запаха с  
 Т<sub>пл.</sub> 145°–147°C. В воде не растворим, трудно растворим в спирте. Хорошо растворим в ацетоне, диоксане, хлороформе, бензоле. Препарат не-  
 летуч и стабилен во внешней среде, в воздухе находится в виде аэро-  
 золи.

#### I. Характеристика метода

I. Определение основано на взаимодействии ратицидана с хлорным

железом и измерении оптической плотности образующегося окрашенногого в жёлтый цвет продукта реакции в видимой области спектра.

2. Отбор проб проводится с концентрированием /фильтр "синяя лента"/.

3. Предел измерения в анализируемом объёме пробы - 10 мкг.

4. Предел измерения в воздухе - 0,05 мг/м<sup>3</sup> /при отборе 335 л воздуха/.

5. Диапазон измеряемых концентраций = 0,05 мг/м<sup>3</sup> - 1,1 мг/м<sup>3</sup>.

6. Определению не мешают метиловый спирт, бензол, а также производные индандинонового ряда.

7. Граница суммарной погрешности измерения - ±13%.

8. Предельно допустимая концентрация ратиндана в воздухе 0,1 мг/м<sup>3</sup>.

## II. Реактивы, растворы, материалы

Ратиндан, х.ч., ГОСТ 1906-77 /перекристал./.

Хлорное железо, ГОСТ 4147-74, 3%-ный раствор.

Уксусная кислота, ГОСТ 61-75, х.ч., 95% /99,5%/.

Ацетон перегнанный, х.ч., ГОСТ 2803-79

Стандартный раствор ратиндана №1 с содержанием 1000 мкг/мл готовят растворением 100 мг ратиндана в ацетоне в мерной колбе ёмкостью 100 мл.

Стандартный раствор №2, содержащий 200 мкг/мл ратиндана, готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора №1 ацетоном.

Стандартные растворы устойчивы один месяц.

## III. Приборы и посуда

Спектрофотометр СФ-16, спектрометр-204, фотоэлектроколориметр-56ГМ.  
Аспирационное устройство.

Фильтродержатели.

Фильтры беззольные "синяя лента", ТУ 6-09-1678-77.

Пробирки колориметрические с пришлифованной пробкой, ГОСТ 1770-64 /1,5:15 см/.

Посуда стеклянная химическая, ГОСТ 1770-74.

#### IV. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 15 л/мин аспирируют через беззольный фильтр "синяя лента", помещённый в фильтродержатель. Для определения 1/2 ПДК необходимо отобрать 335 литров воздуха. Срок хранения отобранных проб - один год.

#### V. Условия анализа

Фильтры с отобранный пробой переносят в химический стакан ёмкостью 50 мл и промывают 5 мл ацетона дважды порциями по 2,5 мл и оставляют на 5 минут. После каждого промывания жидкость сливают и фильтр отжимают стеклянной палочкой.

Пробы в количестве 3 мл вносят в колориметрические пробирки, прибавляют по 0,2 мл 3%-го раствора хлорного железа и через 5 минут добавляют по 0,1 мл уксусной кислоты /рН=4/. Объём раствора доводят до 5 мл ацетоном, перемешивают и через 10 минут фотометрируют в кюветах с толщиной слоя 1 см при длине волны 420 нм. Контрольным раствором служит смык с чистого фильтра ацетоном. Содержание ратиндана в анализируемом объёме определяют по предварительно построенному калибровочному графику. Для построения калибровочного графика готовят шкалу стандартов согласно таблице I.

## Шкала стандартов

Таблица I

№ стандарта	Стандартный раствор ратиндана 200 мкг/мл	Раствор хлорного железа мл	Уксусная кислота мл	Через	Содержание ратиндана в мкг
			мл	мл	
1	0	0,2	0,1	4,7	0
2	0,05	0,2	0,1	4,65	10
3	0,1	0,2	0,1	4,6	20
4	0,3	0,2	0,1	4,4	60
5	0,5	0,2	0,1	4,2	100
6	0,7	0,2	0,1	4,0	140
7	0,9	0,2	0,1	3,8	180
8	1,1	0,2	0,1	3,6	220

Шкалой стандартов можно пользоваться для визуального определения. Её готовят в колориметрических пробирках одновременно с пробами.

Шкала стандартов устойчива в течении 24 часов.

Концентрацию ратиндана в воздухе ( $X$ ) в  $\text{мкг}/\text{м}^3$  вычисляют по формуле

$$X = \frac{y \cdot V_1}{V \cdot V_{20}} .$$

где:

$y$  — количество ратиндана, найденное в анализируемом объёме пробы, мкг;

$V_1$  — общий объём пробы, мл;

$V$  — объём пробы, взятый для анализа, мл;

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

### У1. Требования безопасности

Меры предосторожности при работе с ратиоданом как сильнотоксичным пестицидом

Соблюдать все требования по технике безопасности при работе в химических лабораториях.

### У11. Разработчики

Таталашвили Н.С., Экракишвили З.В.

НИИ гигиены труда и профзаболеваний им. Н.И. Махмудадзе Минздрава Грузинской ССР.

## СОДЕРЖАНИЕ

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

	стр.
Агелона и ситрина . . . . .	3
Актеллика и примисида . . . . .	8
Алара . . . . .	13
Бензоилпропиатла 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 эдина в воде, растительном масле, семенах подсолнечника, траве . . . . .	311
Методические указания по определению остаточных количеств пинеба в сушеных овощах и плодах фотометрическим методом . . . . .	317
<b>Биопрепараты</b>	
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