

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"

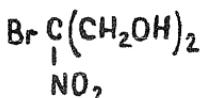
Заместитель Главного Государственного  
санитарного врача СССР

А.И.ЗАЙЧЕНКО

"24" августа 1983 г.

№2859-83

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



М.м. I<sup>99,9</sup>

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

#### I. Характеристика метода.

1. Определение основано на разложении бронокота щелочью с последующим определением нитрит-иона с реагентом Грисса-Ильиной.

2. Отбор проб проводится с концентрированием (фильтры АФА-ВП18 или АФА-ВП20, силикагель АСМ-2).

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

4. Предел измерения в воздухе - 0,45 мг/м<sup>3</sup> (при отборе 80 л воздуха).

5. Диапазон измеряемых концентраций - 0,45-4,5 мг/м<sup>3</sup>

6. Определение мешают окислы азота.

7. Граница суммарной погрешности измерения - ± 18%.

8. Пределенно допустимая концентрация бронокота в воздухе рабочей зоны - 1,0 мг/м<sup>3</sup>.

#### II. Реактивы, растворы, материалы.

Дистиллированная вода

Спирт этиловый, 96%, ТУ 6-09-17-10-77

**Ацетон, х.ч., ГОСТ 2603-79**

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

Калий 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.а., ГОСТ 5821-78

Фильтры АФА-ВЧ18 или АФА-ВЧ20

Кислота соляная, х.ч., ГОСТ ЗИ18-77

Нафталин, ч.д.а., ТУ МХП 1571-47

Натрий азотистокислый, ч.д.а., 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. Промывают 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-Илосгая,** перед анализом смешивают растворы а и б:

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

б-0,1 г нафтилина, 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 приборы "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 притертными пробками, емкостью 100 мл.

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

Баня водяная, ТУ 64-1-2850-76

#### IV. Условия отбора проб воздуха.

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

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

#### У. Условия анализа.

Силикагель из поглотительного прибора переносят в пробирку с притертой пробкой, прибавляют 10 мл этанола и взвешивают 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 парируют 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-Илосвайя. Взвешивают 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						
Р-р Грисса-Илосвайя, мл	по 0,1						
Содержание нитрит-иона, мкг	0,0	1,0	2,0	4,0	6,0	8,0	10,0
Содержание бронокота, мкг согласно коэффициента пере- счета 4,35	0,0	4,35	8,7	7,4	6,16	34,8	43,5

Шкала устойчива в течение 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 бронокота в мг/м<sup>3</sup> воздуха (Х) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G \cdot Y_1}{Y \cdot Y_{20}}, \quad \text{где}$$

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

$Y_1$  - общий объем пробы, мл

Y - объем пробы взятый для анализа, мл

$Y_{20}$  - 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. Соловьев, УзНИИ санитарии, гигиены и профзаболеваний.

## 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

## Автосодержащие пестициды

	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