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 XIУ-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. Хохолькова ( зам. председателя), В.Е. Кривенчук.

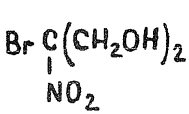
"УТВЕРЖДАЮ"
Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР

_____ А.И.ЗАЙЧЕНКО

"24" августа 1983 г.

№2859-83

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



М.м. 199,9

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

I. Характеристика метода.

I. Определение основано на разложении бронокота щелочью с последующим определением нитрит-иона с реактивом Грисса-Илосвая.

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$^3$(при отборе 80 л воздуха).

5. Диапазон измеряемых концентраций-0,45-4,5 мг/м$^3$

6. Определению мешают окислы азота.

7. Граница суммарной погрешности измерения-± 18%

8. Предельно допустимая концентрация бронокота в воздухе рабочей зоны - I,0 мг/м$^3$.

II. Реактивы, растворы, материалы.

Дистиллированная вода

Спирт этиловый, 96%, ТУ 6-09-17-10-77

Ацетон,х.ч, ГОСТ 2603-79
Калия едкое,х.ч, ГОСТ 4203-65, 3% раствор
Калия 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-ВН-18 или АФА-ВН-20
Кислота соляная,х.ч, ГОСТ 3118-77
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°С и затем 30 минут активируют при 200°С, хранят в склянках с притертой пробкой.

Реактив Грисса-Илосвая, перед анализом смешивают растворы а и б:

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

б-0,1 г нафталина, 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.

III. 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 притертыми пробками, емкостью 100 мл.

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

Баня водяная, ТУ 64-1-2850-76

IУ. 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 АСМ- 2 гр.

Для определения 1/2 ПДК следует отобрать 80 л воздуха.

У. Условия анализа.

Силикагель из поглотительного прибора переносят в пробирку с притертой пробкой, прибавляют 10 мл этанола и взбалтывают 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 выпаривают 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-Илосвая. Взбалтывают 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 1.

Таблица 1.

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 мл в каждую пробирку | | | | | | |
| Р-р Грисса-Илосвая, мл | по 0,1 мл в каждую пробирку | | | | | | |
| Содержание нитрит-иона; мкг | 0,0 | 1,0 | 2,0 | 4,0 | 6,0 | 8,0 | 10,0 |
| Содержание бронокота, мкг согласно коэффициента пересчета 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$^3$ воздуха (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G \cdot V_1}{V \cdot V_{20}},$$ где

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

$V_1$- общий объем пробы, мл

V- объем пробы взятый для анализа, мл

$V_{20}$- 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. Соловьева, УзНИИ санитарии, гигиены и профзаболеваний.

# С О 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 | I3 |
| Бензоилпропэтила и этилового эфира N-3,4- дихлорфенилаланина | I7 |
| Беномила и БМК | 22 |
| Бентазона | 30 |
| Биоресметрина | 35 |
| Болстара | 40 |
| Бронокота | 48 |
| Бутилкаптакса | 52 |
| Бутокарбоксима | 59 |
| Гидрела | 63 |
| ГМК-Na | 66 |
| Даконила | 70 |
| Диазинона, эптама, гамма-изомера ГХЦГ, фенмедедифама, ленацила, фосфамида и пиразона | 77 |
| Дигидрела | 89 |
| Диквата | 93 |
| Зоокумарина | 97 |
| Карбофурана | I00 |
| Крочетона | I04 |
| Менида и 3-хлор-4-метиланилина | I08 |
| Метазина и компонентов гербицидной смеси "карагард" | II3 |
| Митака | II8 |
| Офунака | I24 |
| Пиктрана | I28 |
| Ратиндана | I32 |
| Раундана | I38 |
| Ровраля | I43 |
| Розалина | I48 |
| Синтетических пиретроидов (амбуш, децис, рипкорд, сумицидин) | I54 |
| Стомпа | I6I |

стр.

Сумилекса . . . . . 166
Томилона . . . . . 173
Триморфамида . . . . . 180
Фекама-трибуфона . . . . . 186
Фталана . . . . . 192
Препарата 242 и металлилхлорида (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 . . . . . 218

### 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, фенитрооксона 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

Азотосодержащие пестициды

стр.

Методические указания по хроматографическому определению буторакбокоима в почве, воде и растительном материале . . . . . 260

Методические указания по определению ,1МК-Na, 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 паарлана 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 цинеба в сушеных овощах и плодах фотометрическим методом . . . . . 317

Биопрепараты

Временные методические указания по определению остаточных количеств препарата вирин-диприонa на растительных объектах ИФ-методом . . . . . 325

Временные методические указания по определению остаточных количеств биопрепарата вирин-КШ на растительных объектах иммуно-флюоресцентным методом. .331