

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

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.

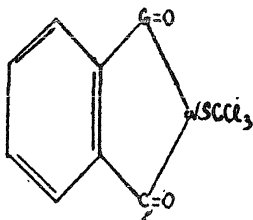
"УТВЕРЖДАЮ"

Заместитель Главного Государственного санитарного врача СССР

А.И.ЗАИЧЕНКО

№ 24 " августа 1983 г.№ 2862-83

Методические указания  
по фотометрическому и хроматографическому  
измерению концентраций фталена в воздухе  
рабочей зоны



М.м.296,56

Фтален (Фолпет, действующее начало  $\omega$ -трихлорэтилфталат) — белое кристаллическое вещество с резким запахом,  $T_{пл.} 177^{\circ}C$ .

Препарат нерастворим в воде, плохо растворим в большинстве органических растворителей. Хорошо растворяется в этиловом спирте, эфире, эфире. Выпускается в виде 50% с.п. Нелетуч, при применении может находиться в воздухе в виде аэрозоля.

## И. ХАРАКТЕРИСТИКА МЕТОДА

1. Определение основано на:

а) гидролизе фталана с образованием хлористого водорода, который взаимодействует с азотнокислым серебром с получением взвешенной суспензии хлористого серебра;

б) хроматографировании фталана в тонком слое силикагеля (пластинки "Силуфол") и образовании окрашенных продуктов взаимодействия с проявляющим реагентом - резорцином.

2. Отбор проб проводится в концентрировании (фильтр АФА-ХА-20)

3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы - 5 мкг (фотометрический метод), 0,5 мкг (ТСХ).

4. Предел измерения в воздухе - 0,25 мг/м<sup>3</sup>.

5. Диапазон измеряемых концентраций - 0,25 - 5 мг/м<sup>3</sup>.

6. Определение фотометрическим методом мешает присутствие каптана. Определению методом ТСХ присутствие других производных фталимиде не мешает.

7. Граница суммарной погрешности измерения - ± 15% (фотометрический метод), ± 10% (ТСХ).

8. Предельно допустимая концентрация фталана в воздухе рабочей зоны - 0,5 мг/м<sup>3</sup>.

## II. РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ, МАТЕРИАЛЫ:

Фтален, х.ч.

Спирт этиловый, ректиф., ГОСТ 5962-67.

Фильтры АФА-ХА-20.

Стандартный раствор № I фталана, х.ч., в этиловом спирте с содержанием 100 мкг/мл. В случае отсутствия х.ч. вещества стандартный раствор готовят из технического препарата растворением

0,01 г. фталена в этиловом спирте в мерной колбе емкостью 50 мл. (расчет дан для технического препарата, содержащего 50% действующего начала в 100 г. препарата),

Стандартный раствор устойчив в течение 1 месяца.

К фотометрическому методу:

Серебро азотнокислое, х.ч., ГОСТ 1277-75, 1%-й раствор.

Азотная кислота, х.ч., ГОСТ 4461-77, 10%-й раствор.

Дистиллированная вода, дважды перегнанная.

К методу ТСХ:

Ацетон перегнаный, ГОСТ 2603-79

Бензол, х.ч., ГОСТ 5955-75

Резорини, х.ч., ГОСТ 9945-70

Подвижная фаза: бензол - ацетон (16:1)

Проявляющий реактив: 15%-ный раствор резоринина в эфире.

Раствор сохраняется в темной склянке в течение 1 месяца

### Ш. ПРИБОРЫ И ПОСУДА

Аспирационное устройство.

Фильтродержатели.

Посуда лабораторная стеклянная, ГОСТ 1770-74.

К фотометрическому методу:

Фотозлектроколориметр, ГОСТ 12083-78.

Пробирки колориметрические плоскодонные с притертыми пробками, бесцветного стекла, высотой 150 мм и внутренним диаметром 15 мм, ГОСТ 10515-75.

Водяная баня.

К методу ТСХ:

Хроматографические пластинки "Силуфол 254" 150 x 150 мм.  
Микропипетки, ГОСТ 20292-74Е, емкостью 0,1 мл с оттянутыми концами.

Камера для хроматографирования.

Пудверизаторы стеклянные.

#### IV. УСЛОВИЯ ОТБОРА ПРОБ ВОЗДУХА

Воздух со скоростью 10 л/мин. аспирируют через фильтр АФА-ХА-20. Для анализа препарата на уровне 1/2 ПДК необходимо отобрать 120 литров воздуха.

Срок хранения отобранных проб 15 дней в герметичных условиях, при комнатной температуре.

#### V. УСЛОВИЯ АНАЛИЗА

Фотометрический способ

Фильтр с пробой помещают в химический стакан емкостью 50 мл и обрешивают 6 мл этилового спирта трижды порциями по 2 мл и оставляют на 5 минут. После каждого промывания жидкость сливают, фильтр отнимают стеклянной палочкой.

Для анализа по 1 мл пробы вносят в колориметрические пробирки, приливают по 4 мл бидистиллята, тщательно перемешивают и на 20 минут помещают в водяную баню, предельно нагретую до 60°C.

После охлаждения в пробирки вносят по 1 мл 1% раствора азотно-кислого серебра и по 1 мл 10% раствора азотной кислоты. Содержимое пробирок тщательно перемешивают и через 15 минут фотометрируют в кювете с толщиной слоя 1 см при длине волны 450 мм.

В качестве раствора сравнения используют контрольный опыт, полученный аналогичной обработкой чистого фильтра. Содержание фталона в анализируемом объеме определяют по предварительно построенному градуировочному графику. Для построения градуировочного графика готовят шкалу стандартов согласно таблице № I

Таблица № I

## Шкала стандартов

№ стандарта	Стандартный раствор фталона № I, мл	Этиловый спирт, мл	Содержание фталона, мкг
0	0	1,0	0
1	0,05	0,95	5
2	0,1	0,9	10
3	0,2	0,8	20
4	0,4	0,6	40
5	0,6	0,4	60
6	0,8	0,2	80
7	1,0	0	100

Все пробирки шкалы обрабатывают аналогично пробам, измеряют оптическую плотность относительно к контрольному опыту и строят график.

Шкалой стандартов можно пользоваться и для визуального определения. Ее готовят в колориметрических пробирках одновременно с пробями.

Шкала устойчива в течение 2 часов.

Концентрацию фталена в мг/м<sup>3</sup> (X) вычисляют по формуле

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

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

V<sub>1</sub> - общий объем пробы, мл;

V - объем пробы, взятый для анализа, мл;

V<sub>20</sub> - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

#### МЕТОД ТСХ

Фильтры с отобранной пробой помещают в химический стакан емкостью 50 мл и обрабатывают 6 мл этилового спирта трижды, порциями по 2 мл и оставляют на 10 минут. После каждого промывания жидкость сливают и фильтр отжимают стеклянной палочкой.

Из общего объема пробы (6 мл.) для анализа берут раствор в количестве 0,1 мл и осторожно наносят на пластинку диаметр пятна не должен превышать 1 см. На эту же пластинку наносят стандартный раствор № I в количестве 0,005 мл, 0,01 мл, 0,02 мл, 0,03 мл, 0,04 мл... 0,1 мл., что соответствует 0,5, 1, 2, 3, 4...10 мкг фталена. Пластинку с нанесенными растворами сушат при комнатной температуре и помещают в хроматографическую камеру, на дно которой за 20 минут до хроматографирования наливают подвижный растворитель бензол-ацетон (16:1). После того, как фронт раст-



ворителя поднимается примерно на 10 см, пластинку вынимают из камеры, сушат на воздухе до полного испарения растворителя и опрыскивают 15%-ным раствором резорцина в этаноне. Пластинку, обработанную проявителем, помещают в сушильный шкаф и выдерживают в течение 10 минут при температуре 110°C. При наличии в пробе фталена на пластинке проявляется желтое пятно, расположенное на одном уровне с уровнем пятен стандартного раствора.

$$R_f = 0.80 \pm 0.01$$

Окраска пятен устойчива в течение 24 часов. Количественное определение производят путем сравнения площади пятен с тем стандартом, площадь которого наиболее близка по величине к площади пробы. Площадь пятен определяют с помощью миллиметровой бумаги.

Концентрацию фталена (X) в мг/м<sup>3</sup> воздуха вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G \cdot S_{пр} \cdot V_1}{V_{20} \cdot S_{см} \cdot V} \quad , \text{ где:}$$

G — количество фталена в стандарте, мкг;

S<sub>пр</sub> — площадь пятна пробы, мм<sup>2</sup>;

S<sub>см</sub> — площадь пятна стандарта, мм<sup>2</sup>;

V<sub>1</sub> — общий объем пробы, мл;

V — объем пробы, взятый для хроматографирования, мл;

V<sub>20</sub> — объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л

## УІ. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Меры предосторожности при работе с Фталеном – как со средне-токсичными пестицидами.

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

## УІІ. Разработчики.

М.К.КВАТАДЗЕ

Грузинский НИИ гигиены труда и профзаболеваний.

## 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
Бутилдиэптакса . . . . .	52
Бутокарбоксима . . . . .	59
Гидрела . . . . .	63
ГМК-Na . . . . .	66
Даконила . . . . .	70
Диавинона, эптама, гамма-изомера ГХЦ, феномедифама, ленашила, фосфамида и пиразона . . . . .	77
Дигидрела . . . . .	89
Диквата . . . . .	93
Зоокумарина . . . . .	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, сумицидин) . . . . .	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-З и его метаболитов в биоматериале методом газо-жидкостной хроматографии . . . . .	252
---	-----

## Азотосодержащие пестициды

	стр.
Методические указания по хроматографическому определению бутораббоксима в почве, воде и растительном материале . . . . .	260
Методические указания по определению . . . ИМК-Ма, 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 пинбеа 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