

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 "

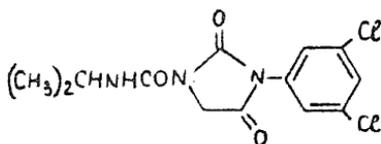
Заместитель Главного Государственного  
санитарного врача СССР

А.И.ЗАИЧЕНКО

" 24 " августа 1983 г.

№ 2863-83

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ  
РОВРАЛЯ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



М.и. 330,17

1-(N-Изопропилкарбамойл)-3-(3,5-дихлорфенил)гидантоин.

Ровраль ( ипродимон) – белое кристаллическое вещество с температурой плавления 136°C. В воде малорастворим, хорошо растворяется в большинстве органических растворителей. При нормальных условиях хранения устойчив и малолетуч. Выпускается в виде 50%-ного смачивающегося порошка. При применении может находиться в виде аэрозоля.

I. Характеристика метода

1. Определение основано на хроматографировании ровраля в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зон локализации препарата по реакции азосочетания.

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

3. Предел измерения-0,5 мкг в анализируемом объеме пробы.

4. Предел измерения  $0,1 \text{ мг/м}^3$ , при отборе 5 л воздуха.
5. Диапазон измеряемых концентраций  $0,1-6,0 \text{ мг/м}^3$ .
6. Определению не мешают препараты дерозал, бендат, зуларен, применяемые, как и ровраль, в борьбе с серой гнилью.
7. Граница суммарной погрешности измерения  $\pm 16,5\%$ .
8. Ориентировочно безопасный уровень воздействия ровраля  $1,0 \text{ мг/м}^3$ .

#### П. Реактивы, растворы, материалы

Ровраль, х.ч.

Пластинки хроматографические "Силуфол"

Этанол, ТУ 6-09-17-10-77, 96%

Хлороформ, ч.д.в., ГОСТ 20015-74

Гексан, ТУ 6-09-3375-78

Бутиловый спирт, ч.д.в., ГОСТ 6006-78

Толуол, ч.д.в., ГОСТ 5789-78

Натр едкий, х.ч., ГОСТ 4328-77, 1н раствор

Кислота соляная, чда, ГОСТ 3118-77, концентрированная,

5н раствор, 1н раствор, 0,1н раствор

Натрий азотистокислый, чда, ГОСТ 4197-75

Аммоний хлористый, хч, ГОСТ 3773-72

Аммоний сульфаминновокислый, ч, ТУ 6-09-1747-72

N-(1-нафтил)этилендиамин дигидрохлорид, ч, ТУ 6-09-2544-72

Ацетон, ГОСТ 2603-79

Калий едкий, ГОСТ 9285-78, 15% этанольный раствор

1-нафтол, ГОСТ 5838-70

Дифениламин, ГОСТ 7825-70

Цинк хлористый, ГОСТ 4529-78

Фильтры бумажные "смятая лента", ТУ 6-09-1678-77

Подвижные фазы: толуол-этиловый спирт (9:1); гексан-бути-

ловый спирт (4:1), гексан-ацетон (3:2).

Реагенты : № I - к 10г азотистокислого натрия приливает 20мл концентрированной соляной кислоты и доводят объём жидкости до 50 мл дистиллированной водой. Раствор используется свежеприготовленным;

№ 2 - 2г натрия азотистокислого растворяют в 100 мл 0,1н раствора соляной кислоты;

№ 3 - 5 г аммония хлористого или сульфаминовокислого растворяют в 100 мл 0,1н раствора соляной кислоты;

№ 4 - к 2,8 г едкого калия приливает 50 мл дистиллированной воды и добавляют 0,1 г 1-нафтала. Раствор устойчив в течение 7 дней при хранении на холоде;

№ 5 - 0,5 г дифениламина растворяют в 100 мл ацетона и добавляют 0,5 г цинка хлористого. Раствор используется свежеприготовленным;

№ 6 - 5 г N-(1-нафтил)этилендиамина дигидрохлорида растворяют в 100 мл 1н раствора соляной кислоты. Раствор устойчив в течение месяца.

Стандартный раствор ровраля в хлороформе или этаноле с содержанием 100 мкг/мл. Раствор устойчив в течение 10 дней при хранении на холоде.

### III. Приборы и посуда

Аспирационное устройство

Фильтродержатели

Прибор для отгонки растворителя

Камера для хроматографирования, ГОСТ 10565-75

Камера для опрыскивания

Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 10391-74

Посуда лабораторная стеклянная, ГОСТ 1770-74

Микропипетки на 0,1 мл или медицинский шприц на 1 мл для нанесения проб и стандартных растворов.

Денситометр БИАН-170

#### IV. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 5 л/мин протягивают через бумажный фильтр "синяя лента". Для определения 1/2 ОБУВ ровралья следует отобрать 5 л воздуха.

#### V. Условия анализа

Фильтр переносят в химический стакан и заливают 8-10 мл хлороформа или этанола. Экстрагируют ровраль при периодическом встряхивании в течение 20-30 минут. Растворитель сливают в колбу прибора для отгонки растворителя. Фильтр дважды промывают 2-3 мл хлороформа или этанола и промывные порции объединяют с экстрактом. Растворитель упаривают до объема 0,2-0,5 мл и наносят количественно на хроматографическую пластинку. Пластинку помещают в камеру для хроматографирования, предварительно заполненную одной из подвижных фаз: толуол-этиловый спирт (9:1); гексан-бутиловый спирт (4:1); гексан-ацетон (3:2).

После достижения фронтом растворителя 10-12 см, пластинку вынимают из камеры и оставляют на воздухе (под вытяжкой) для удаления следов подвижной фазы. В зависимости от проявляющего реактива условия проявления хроматограмм следующие.

I. Опрыскивают пластинку смесью 1н раствора едкого натра и этилового спирта (50:50). Выдерживают пластинку в сушильном шкафу при 120°C в течение 10 минут. Затем опрыскивают 5н раствором соляной кислоты и последовательно растворами № 2 и № 3. Высушивают пластинку в токе воздуха и опрыскивают реагентом № 6.

II. Опрыскивают пластинку 15% этанольным раствором едкого калия, подвергают термической обработке при 150°C в течение 20

минут. Затем последовательно обрабатывают реактивом № I и реагентом № 4 или № 5.

При наличии ровраля на хроматограммах проявляются розово-фиолетовые пятна при применении N-(1-нафтил)этилендамина дигидрохлорида, оранжевые пятна - 1-нафтола или малиновые - диметиламина. R<sub>f</sub> пятен 0,50-0,55.

Содержание вещества в пробе находят по градуировочному графику, для построения которого на ряд пластинок наносят стандартные растворы ровраля с содержанием 0,5; 1; 2...30 мкг вещества. Разливают и обрабатывают хроматограммы, как описано выше. Затем получают денситограмму и строят график зависимости площади денситограммы от концентрации ровраля. Линейная зависимость функции  $S_{\text{мм}^2} = f(C)$  сохраняется в пределах 0,5-30 мкг.

По градуировочному графику находят концентрацию ровраля в хроматографируемой пробе. Содержание ровраля в мг/м<sup>3</sup> воздуха (X) рассчитывают по формуле :

$$X = \frac{A}{y_{20}}$$

где: A - количество ровраля в пробе, мкг;

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

#### VI. Требования безопасности

Меры предосторожности при работе с ровралем - как с малотоксичными препаратами. Все операции следует проводить в вытяжном шкафу.

#### VII. Разработчики.

Хохолькова Г.А. - Киевский НИИ гигиены труда и профзаболеваний  
Багдасарян Л.С., Бунятян Ю.А. - Армянский филиал ВНИИГИНТОКС'а.

## 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
Бутилдиактаса . . . . .	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
---	-----

## Азотоудержающие 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