

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"

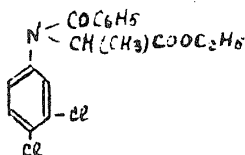
Заместитель Главного Государственного  
санитарного врача СССР

А.И.Заиченко

" 24 " августа 1983 г.

№ 2872-83

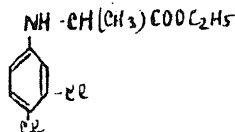
Методические указания  
по хроматографическому измерению концентраций  
бензоилпропятила и этилового эфира №-3, 4-дихлорфенил-  
аланина в воздухе рабочей зоны.



М.м. 366,3

Бензоилпропятил (ониним - каракол) действующее начало - №-  
бензоил-№-(3, 4-дихлорфенил) аланин/этиловый эфир - белое кристаллическое вещество  
с т. плавления 65-67°C; растворимость при 20°C в % масс.: в эти-  
ловом спирте - 6, метиловом спирте - 16, толуоле - 15, хлороформе -  
40, ацетоне - 26.

При производстве в воздухе рабочей зоны может находиться в  
виде паров и аэрозоли.



М.м. 262,0

Этиловый эфир №-3, 4-дихлорфенилаланина - белое кристалличес-  
кое вещество с т. плавления 36-38°C; при температуре выше 300°C  
разлагается. Растворяется в спиртах, толуоле, м-ксилоле. Является  
полупродуктом в производстве бензоилпропятила. В воздухе может на-  
ходиться в виде паров и аэрозоли.

#### I. Характеристика метода.

I. Определение основано на хроматографическом разделении бен-  
зоилпропятила и этилового эфира №-3, 4-дихлорфенилаланина в тонком

слое силикагеля с последующим обдуванием зоны локализации веществ с помощью раствора марганцовокислого калия и реактива Драгендорфа.

2. Отбор проб проводится с концентрированием (фильтр "Синяя лента" и этиловый спирт).
3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы—5 мкг (для обоих веществ).
4. Предел измерения в воздухе—1 мг/м<sup>3</sup> (при отборе 5 л воздуха)
5. Диапазон измеряемых концентраций—1 — 8 мг/м<sup>3</sup>.
6. Определению не мешают все сопутствующие в производстве вещества.
7. Граница суммарной погрешности измерения для бензоилпропетила ±15%, для этилового эфира №-3,4-дихлорфенилаланина ±10%.
8. Предельно-допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны: бензоилпропетила — 5 мг/м<sup>3</sup>, этилового эфира №-3,4-дихлорфенилаланина 4-5 мг/м<sup>3</sup> (ориентировочная, расчетная).

## II. Реактивы, растворы, материалы.

- Бензоилпропетила, 99,5%-ный
- Этиловый эфир №-3,4-дихлорфенилаланина, 99,5%-ный
- Гексан, ч, ТУ 6-09-3375-78
- Ацетон, ч.д.а. ГОСТ 2603-79
- Аммиак, ч.д.а., ГОСТ 3760-79, 25%-ный водный раствор
- Эфир диэтиловый, х.ч. ГОСТ 6262-79
- Спирт этиловый, ТУ 6-09-17-10-77, 96%-ный
- Калий марганцовокислый, х.ч., ГОСТ 20490-75
- Висмут азотнокислый основной, ч., ГОСТ 4110-75
- Кислота серная, х.ч., ГОСТ 4204-77
- Кислота уксусная ледяная, о.с.ч., ГОСТ 18270-72
- Калий иодидный, х.ч., ГОСТ 4232-74
- Кальций сернокислый, ТУ 3210-77, ч.д.в.
- Силикагель марки КСК
- Фильтры бумажные "синяя лента", ТУ 6-09-1678-77
- Подвижная фаза: гексан-ацетон-водный аммиак (10:5:0,8)
- Проявляющий реактив №1: 0,5 г марганцовокислого калия растворяют в 47,5 мл воды и добавляют 2,5 мл серной кислоты. Реактив должен быть свежеприготовленным.
- Проявляющий реактив №2 (реактив Драгендорфа): к раствору 850 мг основного азотнокислого висмута в 40 мл воды и 10 мл уксусной кислоты прибавляют раствор 8 г калия иодистого в 20 мл воды. Этот раствор устойчив в течение 10 суток. Для проявления хроматограммы I мл

этого раствора разбавляют 2 мл уксусной кислоты и 10 мл воды. Реактив должен быть свежеприготовленным.

Стандартные растворы бензоилпропетила и этилового эфира №-3, 4-дихлорфениламина концентрации 1000 мкг/мл готовят растворяя соответствующих навесок (в пересчете на действующее начало) в 10 мл этилового спирта. Устойчивы в течение трех суток.

### III. Приборы и посуда.

Аспирационное устройство

Фильтродержатели

Поглотительные приборы Рихтера, ТУ 25-2I-108I-75

Испаритель ротационный ИР-И, ТУ 25-II-9I7-74

Камера стеклянная хроматографическая, ГОСТ 10665-75

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 1039I-74

Микропипетка или стеклянный капилляр

Микрошприц емкостью 10 мл

Колбы грушевидные для отгонки растворителя, ГОСТ 10394-72

Стаканы химические емкостью 50 мл, ТУ 25-II-944-74

Колбы мерные, цилиндры, мензурки, ГОСТ 1770-74

Литетки различной емкости, ГОСТ 20292-74

Пробирки с притертыми пробками емкостью 5 мл, ГОСТ 10515-75

Пластины для хроматографии "Силуфол", 150x150 мм

Пластины для хроматографии стеклянные, 90x120 мм. Стеклянную пластинку, промытую водой, хромовой смесью и дистиллированной водой сушат и протирают этиловым спиртом. Компоненты сорбционной массы обрабатывают следующим образом. Сернистый кальций сушат при температуре 150°C в течение 6 ч и просеивают через сито 100 мк. Хранят в банке с притертой пробкой. Силикагель размалывают на шаровой мельнице. Суспензию 250 г измельченного силикагеля в 2,5 л дистиллированной воды помещают в химический стакан ( $h = 20$  см,  $d = 14$  см) тщательно перемешивают содержимое стакана и оставляют на 16 мин. После этого надосадочную жидкость переливают во второй стакан такого же размера и доливают воду до уровня 19 см. В этом стакане суспензию отстаивают 30 мин, надосадочную жидкость сливают в третий стакан и оставляют на 60 мин, затем переливают в четвертый стакан и отстаивают жидкость 120 мин. Надосадочную жидкость выливают, осадок высушивают при 130-140°C в течение суток. Стеклянные пластины покрывают сорбционной массой. Для приготовления сорбционной массы на 8-9 пластинок смешивают 14 г силикагеля, 2 г сернистого кальция, 60 мл дистиллированной воды и перемешивают до образования однород-

ной массой. 2-3 чайных ложки массы наливают на пластинку и, покачивая, распределяют равномерно по поверхности. Пластинки сушат 12 ч в сушильном шкафу при 100-110°C. Хранят пластинки в эксикаторе.

#### IV. Условия отбора проб воздуха.

Воздух со скоростью 1 л/мин аспирируют через последовательно соединенные фильтродержатель с бумажным фильтром и поглотительный прибор, содержащий 15 мл этилового спирта. Для определения 1/2 ПДК отбирают не более 5 л воздуха. Пробы можно хранить в течение трех суток.

#### V. Условия анализа.

Бумажный фильтр извлекают из держателя (фильтродержателя) и помещают в химический стаканчик. Промывают бумажный фильтр тремя порциями этилового спирта по 5 мл, собирают смыв в отгонной колбе. Туда же сливают содержимое поглотительного прибора. Этиловый спирт отгоняют (ротационный испаритель, ток воздуха) досуха. Сухой остаток растворяют в 0,5 мл диэтилового эфира, тщательно обмывая стенки колбы. На стартовую линию хроматографической пластинки количественно наносят пробу, слева и справа от нее наносят смеси стандартных растворов бензоилпропетила и этилового эфира №-3, 4-дихлорфенилаланина, содержащие по 5; 10; 20; 40 мкг каждого вещества. Размер пятна должен быть не более 1 см. Пластинку помещают в наклонном положении в хроматографическую камеру, в которую за 30 мин до хроматографирования был налит подвижный растворитель - гексан:ацетон:водный аммиак (10:5:0,8) в таком количестве, чтобы пластинка погружалась не более, чем на 0,5 см. Когда фронт растворителя поднимется на 10 см, пластинку вынимают из камеры и подсушивают на воздухе в вытяжном шкафу. Затем пластинку опрыскивают проявляющим реактивом №1, при этом обнаруживают желтые пятна этилового эфира №-3, 4-дихлорфенилаланина ( $R_f$  0,7). Для количественного определения измеряют площадь пятна пробы и соответствующего ему по размеру и интенсивности окраски пятна стандартной шкалы. Затем пластинку опрыскивают проявляющим реактивом №2. При этом проявляются коричневые пятна бензоилпропетила ( $R_f$  0,6). Окраска пятен устойчива в течение нескольких минут. Для количественного определения также измеряют площадь соответствующего по размеру и интенсивности окраски пятна стандартной шкалы.

Концентрацию бензоилпропетила или №-3, 4-дихлорфенилаланина этилового эфира в воздухе (X) в мг/м<sup>3</sup> вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G_{\text{ум}} \cdot S_{\text{пр}}}{S_{\text{ст}} \cdot V_{\text{д0}}}, \text{ где}$$

~1.

- $G_{\text{ум}}$  - количество вещества в пяти стандарта, мкг;  
 $S_{\text{пр}}$  - площадь пятна пробы, мм<sup>2</sup>;  
 $S_{\text{ст}}$  - площадь пятна стандарта, мм<sup>2</sup>;  
 $V_{\text{д0}}$  - объем воздуха, отобраный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

#### VI. Требования безопасности.

Соблюдать все необходимые требования техники безопасности при работе в химических лабораториях.

#### VII. Разработчики.

Циленкова И.И., Сатышова А.Д., Оришканов Н.Т.

Всероссийский научно-исследовательский технологический институт гербицидов и регуляторов роста растений (ВНИИТГ), г.Уфа.

## 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
Бутокарбоксива . . . . .	59
Гидрела . . . . .	63
ГМК-Na . . . . .	66
Даконила . . . . .	70
Диавинона, эптама, гамма-изомера ГХЦ, феномедидифама, ленашила, фосфамида и пиразона . . . . .	77
Дигидрела . . . . .	89
Диквата . . . . .	93
Зоокумарина . . . . .	97
Карбофурана . . . . .	100
Крочетона . . . . .	104
Менида и 3-хлор-4-метилэнилина . . . . .	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, фенилтрооксона 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