

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"

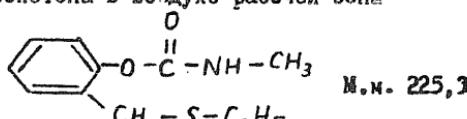
Заместитель Главного Государственного  
санитарного врача СССР

А.И.Задченко

" 25 " августа 1983 г

№ 2871-бз

Методические указания  
по хроматографическому измерению концентраций  
кронетона в воздухе рабочей зоны



0- [2-(этилтиометил)фенил] - N - метилкарбамат

Кронетон (этиофенкарб) - белое кристаллическое вещество  
о  $T_{пл}$  34,4°C. Растворимость в воде - 1,82 г/л, в метиленхлориде,  
пропаноле, толуоле - 600 г/л. Хорошо растворим в эфире и хлоро-  
форме. Вещество сравнительно устойчиво в кислой среде, но быст-  
ро разрушается в щелочной. Устойчив к воздействию высоких темпе-  
ратур. Выпускается в формах 50%-ного концентрата эмульсии и  
10%-ных гранул. Агрегатное состояние в воздухе - аэрозоль и па-  
ры.

### I. ХАРАКТЕРИСТИКА МЕТОДА

1. Определение основано на хроматографировании кронетона  
в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зон локали-  
зации вещества путём его гидролиза 15%-ной щёлочью при  $t = 120^{\circ}\text{C}$   
в течение 10 минут и последующей обработкой пластинки 5%-ным  
спиртовым раствором фосфорно-молибденовой кислоты.

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

3. Предел измерения в анализируемом объёме пробы - 0,7 мкг

4. Предел измерения в воздухе - 0,023 мг/м<sup>3</sup> (при отборе 30 л  
воздуха)

5. Диапазон измеряемых концентраций - 0,023 - 0,67 мг/м<sup>3</sup>

6. Определение не мешают другие карбаматы.

7. Граница суммарной погрешности измерения -  $\pm 19,3\%$

8. Предельно допустимая концентрация хронетона в воздухе рабочей зоны - 0,05 мг/м<sup>3</sup>

### П. РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ, МАТЕРИАЛЫ

Ацетон, ч., ГОСТ 2603-79

н-Гексан, ч., ТУ 6-09-3375-78

Хлороформ, ч.д.а., ГОСТ 20015-74

Спирт этиловый, ректификат, ГОСТ 18300-72

Калий едкий, ч., ГОСТ 4203-65

Фосфорно-молибденовая кислота, х.ч., ТУ 6-09-3540-74

Соляная кислота, концентрированная, х.ч., ГОСТ 3118-77

Фильтры бумажные обеззоленные "синяя лента", ТУ 6-09-1678-77

Подвижная фаза : гексан-ацетон (3:2)

Проявляющий реагент:

5%-ный раствор фосфорно-молибденовой кислоты в этиловом спирте. Перед обработкой пластиноч для повышения чувствительности на каждые 10 мл проявителя прибавляют 0,4 мл концентрированной соляной кислоты

Стандартный раствор кронетона, содержащий 100 мкг/мл действующего вещества готовят растворением 20 мг препарата в виде 50%-ной эмульсии в мерной колбе с притёртой пробкой в 100 мл эфира. Раствор хранят в холодильнике не более 2-х недель.

### III. ПРИБОРЫ И ПОСУДА

Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-77

Фильтродержатели

Поглотители с впаянными стеклянными пористыми фильтрами ТУ 25-III081-75. Размеры : высота 190 мм,  $d_{\text{внутр.}} = 20$  мм, пористая пластиинка № I

Испаритель ротационный ИР-ИМ, ТУ 28-И-917-74

Баня водяная, ТУ 46-22-608-75

Шкаф сушильный, ТУ 64-1-1411-76

Колбы грушевидные для отгонки растворителя, ГОСТ 18394-72

Боксы стеклянные, ёмкостью 10 мл, ГОСТ 1770-74

Воронки конические, диаметром 6 см, ГОСТ 8613-75

Колбы мерные, цилиндры, ГОСТ 1770-74

Пипетки, ГОСТ 20292-74

Микропипетка, стеклянный капилляр

Хроматографическая камера, ГОСТ 10565-75

Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 10391-74

Пластинки для тонкослойной хроматографии "Силуфол" производства ЧССР размером 150x150 мм

#### IV. УСЛОВИЯ ОТБОРА ПРОБ ВОЗДУХА

Для улавливания аэрозоля и паров кронетона исследуемый воздух со скоростью 1 л/мин аспирируют через последовательно соединённые аэрозольный фильтр и два жидкостных поглотителя, охлаждаемых льдом, каждый из которых заполнен 10 мл этилового спирта, подкисленного соляной кислотой (1:1) до  $\text{pH}=2^{*}/$ . Для анализа отбирают 30 л воздуха. Пробы анализируют сразу.

#### V. Условия анализа

Аэрозольный фильтр извлекают из фильтродержателя, помешают в бокс, заливают 7 мл сэира, закрывают притёртой пробкой, встряхивают и оставляют на 30 мин. По истечении указанного времени, экстракт, содержащий растворённый кронетон, переносят в колбу для отгонки растворителя. Фильтр извлекают, отжимают на воронку стеклянной палочкой и промывают дважды 2-3 мл сэира. Объединённые экстракты упаривают на водяной бане при температуре не выше  $40^{\circ}\text{C}$  до объёма 0,1-0,2 мл.

Содержимое поглотителей переносят в колбу для отгонки растворителей и упаривают на водяной бане до объёма 0,1-0,2 мл.

Концентрированные экстракты при помощи стеклянного капилляра количественно наносят на хроматографические пластиинки. Справа и слева от пробы на расстоянии 2 см наносят стандартный раствор в количестве, отвечающем содержанию кронетона от 0,7 до 20 мкг. Пластиинки помещают в хроматографическую камеру, в которую за 30 мин. до хроматографирования наливают подвижный растворитель гексан:акетон (3:2). После поднятия фронта подвижного растворителя на 10 см пластиинки вынимают и оставляют на воздухе 5-10 мин. для полного удаления растворителей. Затем пластиинку обрабатывают 15%-ным спиртовым раствором едкого калия (5 мл) и помещают в сушильный шкаф на 10 мин. при  $120^{\circ}\text{C}$ .

$^{*}/$   $\text{pH}$  среди контролируют с помощью универсальной индикаторной бумаги

Через 30 мин. пластинку вынимают, тщательно обрабатывают 5%-ным спиртовым раствором фторфорно-молибденовой кислоты (5мл) с добавлением концентрированной соляной кислоты. Кронетон проявляется в виде сине-зелёных пятен на светло-жёлтом фоне. Окраска пятен устойчива в течение 2 часов. Величина  $Rf = 0,55 \pm 0,03$ . Нижний предел обнаружения 0,7 мкг в пробе.

Количественное определение проводят путём сравнения интенсивности окраски и измерения площади пятна пробы и того стандарта, площадь которого наиболее близка по величине к площади пятна пробы.

Концентрацию кронетона (Х) в воздухе в мг/м<sup>3</sup> вычисляют по формуле

$$X = \frac{G}{V_{20} \cdot S_{\text{пр}}} \cdot \frac{S_{\text{ст}}}{S_{\text{пр}}}, \text{ где:}$$

$G$  - количество кронетона, найденное в анализируемом объёме раствора, мкг;

$V_{20}$  - объём воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л;

$S_{\text{пр}}$  - площадь пятна на хроматограмме пробы, мм<sup>2</sup>;

$S_{\text{ст}}$  - площадь пятна на хроматограмме стандарта, мм<sup>2</sup>.

## VI. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Соблюдать все необходимые требования безопасности при работе в химических лабораториях. Выполнять меры предосторожности с кронетоном, как с высокотоксичным препаратом

## VII. Разработчики

Хохолькова Галина Алексеевна,

Йедовских Наталья Григорьевна

Киевский НИИ гигиены труда 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
Беномида 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
Дигидрела . . . . .	89
Дикват . . . . .	93
Зоокумагина . . . . .	97
Карбодурана . . . . .	100
Крочетона . . . . .	104
Менида и 3-хлор-4-метиленапирина . . . . .	108
Метазина и компонентов тиробицидной смеси "карагард" .	113
Митака . . . . .	118
Офунака . . . . .	124
Пликтрана . . . . .	128
Ратиндана . . . . .	132
Раундана . . . . .	138
Роврала . . . . .	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 металлилхлорида (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 количество 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

Автоодержание пестицида	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 сушених 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