

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.

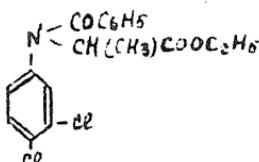
"Утверждаю"  
 Заместитель Главного Государственного  
 санитарного врача СССР

А.И.Зайченко

" 24 " августа 1983 г.

№ 2872-83

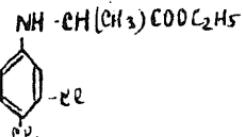
Методические указания  
 по хроматографическому измерению концентраций  
 бензоилпроптила и этилового эфира №-3, 4-дихлорфенил-  
 аланина в воздухе рабочей зоны.



М.м. 366,3

Бензоилпроптил (сионим - карахол) действует на начало - №-  
 бензоил-№-(3, 4-дихлорфенил)аланин /<sup>этиловый спирт</sup> - белое кристаллическое вещество с т. плавления 65-67°C; растворимость при 20°C в % мас.; в этиловом 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 кристаллическое вещество с т. плавления 36-38°C; при температуре выше 300°C разлагается. Растворяется в спиртах, толуоле, 4-ксиоле. Является полупродуктом в производстве бензоилпроптила. В воздухе может находиться в виде паров и аэрозоли.

### I. Характеристика метода.

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

слое силикагеля с последующим обнаружением зон 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 бензоилпропи-тила  $\pm 15\%$ , для этилового эфира №-3,4-дихлорфенилаланина  $\pm 10\%$ .

8. Предельно-допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны: бензоилпропи-тила - 5 мг/м<sup>3</sup>, этилового эфира №-3,4-дихлорфенилаланина 4-6 мг/м<sup>3</sup> (ориентировочная, расчетная).

## II. Реактивы, растворы, материалы.

Бензоилпропи-тила, 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 дистилловый, 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 4110-76

Кислота серная, х.ч., ГОСТ 4204-77

Кислота уксусная ледяная, о.с.ч., ГОСТ 18270-72

Калий иодистый, х.ч., ГОСТ 4232-74

Кальций сернокислый, ТУ 3210-77, ч.д.а.

Силикагель марки КСК

Фильтры бумажные "синяя лента", ТУ 6-09-1676-77

Подвижная фаза: гексан-ацетон-водный аммиак (10:5:0,8)

Проявляющий реагент №1: 0,5 г марганцовокислого калия растворяют в 47,5 мл воды и добавляют 2,5 мл серной кислоты. Реактив должен быть свежеприготовленным.

Проявляющий реагент №2 (реактив Драгендорфа): к раствору 800 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 1 мл

в этого раствора разбавляют 2 мл уксусной кислоты и 10 мл воды. Резин-  
тий должен быть свежеприготовленным.

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

### Ш. Приборы и посуда.

Аспирационное устройство

Фильтродержатели

Поглотительные приборы Рихтера, ТУ 25-21-1081-75

Испаритель ротационный ИР-М, ТУ 25-И-917-74

Камера стеклянная хроматографическая, ГОСТ 10565-75

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 10391-74

Микропипетка или стеклянный капилляр

Микроприцемкостью 10 мкл

Колбы грушевидные для отгонки растворителя, ГОСТ 10394-72

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

Колбы мерные, цилиндры, манжетки, ГОСТ 1770-74

Пластинки различной емкости, ГОСТ 20292-74

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

Пластинки для хроматографии "Силуфол", 150x150 мм

Пластинки для хроматографии стеклянные, 90x120 мм. Стеклянную  
пластинку, промытую содой, хромовой смесью и дистиллированной водой  
сушат и протирают этиловым спиртом. Компоненты сорбционной массы  
обрабатывают следующим образом. Сернокислый кальций сушат при тем-  
пературе 150°C в течение 6 ч и прессуют через сито 100 мк. Хра-  
нят в бачке с притертой пробкой. Силикагель размалывают на шаровой  
мельнице. Суспензию 250 г измельченного силикагеля в 2,5 л дистил-  
лированной воды помещают в химический стакан ( $h = 20$  см,  $d = 14$  см).  
Тщательно перемешивают содержимое стакана и оставляют на 16 мин.  
После этого надосадочную жидкость перливают во второй стакан такого  
же размера и доливают воду до уровня 19 см. В этом стакане суспен-  
зию стоятывают 30 мин, надосадочную жидкость сливают в третий ста-  
кан и оставляют на 60 мин, затем перливают в четвертый стакан и  
отстояивают жидкость 120 мин. Надосадочную жидкость выливают, осадок  
высушивают при 130-140°C в течение суток. Стеклянные пластинки по-  
крывают сорбционной массой. Для приготовления сорбционной массы на  
8-9 пластинок смешивают 14 г силикагеля, 2 г сернокислого кальция,  
60 мл дистиллированной воды и перемешивают до образования однород-

ной массы. 2-3 чайных ложки массы наливают на пластинку и, покачивая, распределяют равномерно по поверхности. Пластинки сушат 12 ч в сушильном шкафу при 100-110<sup>0</sup>С. Хранят пластинки в эвакуаторе.

#### 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 ДДК отбирают не более 5 л воздуха. Пробы можно хранить в течение трех суток.

#### У. Условия анализа.

Бумажный фильтр извлекают из датчика (фильтродержателя) и помещают в химический стаканчик. Промывают бумажный фильтр тремя порциями этилового спирта по 5 мл, собирают смесь в отгонной колбе. Туда же сливают содержимое поглотительного прибора. Этиловый спирт отгоняют (ротационный испаритель, т.к. воздуха) досуха. Сухой остаток растворяют в 0,5 мл диэтилового эфира, тщательно обмывая стекла колбы. На стартовую линию хроматографической пластинки количественно наносят пробу, слева и справа от нее наносят смеси стандартных растворов бензоилпропиата и этилового эфира №-3,4-дихлорфенилаланина, содержащие по 5; 10; 20; 40 мкг каждого вещества. Размер пятна должно 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:акетон:водный аммиак (10:5:0,8) в таком количестве, чтобы пластина погружалась не более, чем на 0,5 см. Когда фронт растворителя поднимается на 10 см, пластиинку вынимают из камеры и подсушивают на воздухе в вытяжном шкафу. Затем пластиинку опрыскивают проявляющим реагентом №1, при этом обнаруживают желтые пятна этилового эфира №-3,4-дихлорфенилаланина (R<sub>f</sub> 0,7). Для количественного определения измеряют площадь пятна пробы и соответствующего ему по размеру и интенсивности окраски пятна стандартной шкалы. Затем пластиинку опрыскивают проявляющим реагентом №2. При этом проявляются коричневые пятна бензоилпропиата (R<sub>f</sub> 0,6). Окраска пятен устойчива в течение нескольких минут. Для количественного определения также измеряют площадь соответствующую по размеру и интенсивности окраски пятна стандартной шкалы.

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

$$X = \frac{Y_{ст} \cdot S_{ст}}{S_{ст} \cdot V_{20}}, \text{ где}$$

$Y_{ст}$  - количество вещества в пятне стандарта, мкг;

$S_{ст}$  - площадь пятна пробы,  $\text{мм}^2$ ;

$S_{ст}$  - площадь пятна стандарта,  $\text{мм}^2$ ;

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

#### VI. Требования безопасности.

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

#### VII. Разработчики.

Ильинкова И.И., Сатыкова А.Д., Орликамов Н.Т.

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

## 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-метиленпилина . . . . .	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

## Автоодержащие пестициды

	стр.
Методические указания по хроматографическому определению бутокса-боксона в почве, воде и растительном материале . . . . .	260
Методические указания по определению 1МК-На, 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