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 XIУ-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 :

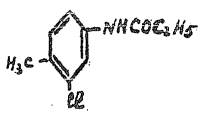
Л.Г. Александрова, Д.В. Гиренко, А.А.Калинина (секретарь), М.А. Клисенко (председатель), Г.И. Короткова, Г.А. Хохлькова ( зам. председателя), В.Е. Кривенчук.

"Утверждаю"
Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР
А.И.Заиченко
" 24 " августа 1983 г.

№2866-83

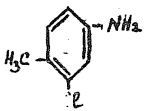
Дополнение к МУ №2311-81 от 18 марта 1981г,
("Методические указания на хроматографическое определение дикрила и мемида в воздухе")

ВРЕМЕННЫЕ
Методические указания
по хроматографическому измерению концентраций мемида и 3-хлор-4-метиланилина в воздухе рабочей зоны.




М.м. 197,58

Мемид (действующее начало - 3-хлор-4-метилпропионанилид) - белое кристаллическое вещество с т.плавления 89-92°С, нерастворимое в воде. Растворимость при 20°С в % масс.: в хлороформе - 37, этаноле - 47, гексане - 50, метаноле - 48, ацетоне - 50. Упругость пара $0,99 \cdot 10^{-10}$ мм.рт.ст. при 20°С. Выпускается в виде 25%-ного э.к. Агрегатное состояние в воздухе - аэрозоль.




М.м. 156,6

3-хлор-4-метиланилин - желтые легкоплавкие кристаллы, т.кипения 238-240°С, т.плавления 23-26°С. Плохо растворим в воде, хорошо - в ацетоне, гексане, этаноле, диэтиловом эфире. Упругость пара $5,487 \cdot 10^{-3}$ мм.рт.ст. при 20°С. Является полупродуктом в произ-

веществе менида. Агрегатное состояние в воздухе – пары и аэрозоль.

I. Характеристика метода.

I. Определение основано на хроматографическом разделении менида и 3-хлор-4-метиланилина в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зон локализации веществ после термического разложения менида обработкой диазореактивом и раствором I-нафтола.

2. Отбор проб проводится с концентрированием (фильтр АФА-ХА-20, этиловый спирт).

3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы-I мкг.

4. Предел измерения в воздухе-0,I мг/м$^3$.

5. Диапазон измеряемых концентраций-0,I-3,0 мг/м$^3$.

6. Определению не мешают все сопутствующие в производстве вещества (п-нитротолуол, 3-хлор-4-нитротолуол и др.), а также гербицид пропанид.

7. Граница суммарной погрешности измерения ±I0% (для менида) и ±25% (для 3-хлор-4-метиланилина).

8. Ориентировочный безопасный уровень воздействия менида в воздухе рабочей зоны I мг/м$^3$. Рекомендуемая предельно-допустимая концентрация 3-хлор-4-метиланилина в атмосферном воздухе 0,0I мг/м$^3$.

II. Реактивы, растворы, материалы.

Менид, 99,8%
3-хлор-4-метиланилин, 99,8%
Гексан, ч., ТУ 6-09-3375-78
Спирт этиловый, 96%, ТУ 6-09-I7-I0-77
Углерод четыреххлористый, х.ч., ГОСТ 20288-74
Эфир диэтиловый, хч., ГОСТ 6262-79
I-нафтол, ч.д.а., ГОСТ 5838-70
Кали едкое, ч.д.а., ГОСТ 9286-78
Кислота соляная, х.ч., ГОСТ3I18-77
Натрий азотистокислый, х.ч., ГОСТ 4197-75
Фильтры аэрозольные АФА-ХА-20
Подвижная фаза: $CCl_4$-диэтиловый эфир (I:1)

Проявляющий реактив №1: [illegible]. Iг нитрита натрия растворяют в смеси 46 мл воды и 4 мл концентрированной соляной кислоты. Используют свежеприготовленным.

Проявляющий реактив №2: 2,8 г едкого кали растворяют в 50 мл воды и добавляют 0,I г I-нафтола. Используют свежеприготовленным.

Стандартные растворы менида и 3-хлор-4-метиланилина с концентрацией I мг/мл готовят растворением навесок 0,0I г в I0 мл

этилового спирта. Растворы устойчивы в течение трех суток.

## Ш. Приборы и посуда.

Аспирационное устройство
Фильтродержатели
Поглотители Рыхтера, ТУ 25-11-1081-75 (средняя модель)
Испаритель ротационный ИР-1М, ТУ 25-11-917-74
Колбы грушевидные для отгонки растворителя, ГОСТ 10394-72
Стаканы химические емкостью 50-100 мл, ГОСТ 10394-72
Колбы мерные, цилиндры, мензурки, ГОСТ 1770-74
Пипетки, ГОСТ 20292-74
Микропипетка или стеклянный капилляр
Микрошприц емкостью 10 мкл
Камера хроматографическая стеклянная, ГОСТ 10565-75
Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 10391-74
Пластинки для тонкослойной хроматографии "Силуфол" размером 150х150 мм производства ЧССР

## IУ. Условия отбора проб воздуха.

Для улавливания аэрозоля менда воздух со скоростью 5-10 л/мин аспирируют через аэрозольный фильтр. Для анализа отбирают не более 10 л воздуха. Пробы можно хранить в течение недели.

Для улавливания паров 3-хлор-4-метиланилина воздух со скоростью 0,5-1 л/мин аспирируют через два последовательно соединенных поглотителя, каждый из которых заполнен 10 мл этилового спирта. Для анализа отбирают не более 10 л воздуха. Пробы можно хранить в течение трех суток.

## У. Условия анализа.

Аэрозольный фильтр извлекают из фильтродержателя, помещают в химический стакан и трижды (по 5 мл) экстрагируют этиловым спиртом, выдерживая по 2-3 мин. Экстракты сливают в отгонную колбу. Этиловый спирт из поглотителей переливают в отгонную колбу, содержащую экстракт с аэрозольного фильтра. Поглотители промывают 2-3 мл этилового спирта, который также присоединяют к экстракту. Растворитель отгоняют (ротационный испаритель, ток воздуха) до объема ~0,1 мл.

Для количественных расчетов готовят стандартную шкалу. На пластинке "Силуфол" на расстоянии 15 мм от нижнего края намечают линию старта. На нее на расстоянии 15 мм друг от друга справа и слева от середины наносят серию стандартных пятен с различным содер-

ханием менида и 3-хлор-4-метиланилина. Растворы для стандартных пятен готовят в пяти пробирках, в которые с помощью микрошприца вносят соответственно I; 5; I0; 20; 30 мкл стандартных растворов менида и 3-хлор-4-метиланилина и доводят объем в каждой из них до I00 мкл этиловым спиртом. Весь объем одной пробирки наносят в пятно, диаметр которого не должен превышать I см. Таким образом, на стартовой линии хроматографической пластинки размещается 5 стандартных пятен, содержащих по I; 5; I0; 20; 30 мкг менида и 3-хлор-4-метиланилина.

Весь объем пробы с помощью микрошприца, микропипетки или стеклянного капилляра количественно наносят в середину стартовой линии пластинки, на которую предварительно были нанесены стандартные пятна. Пластинку помещают в наклонном положении в хроматографическую камеру. Край пластинки должен быть погружен в растворитель (30-40 мл) не более, чем на 0,5 см. Элюируют хроматограмму на высоту I0 см. Затем пластинку вынимают из камеры и подсушивают на воздухе в вытяжном шкафу. Помещают пластинку в сушильный шкаф и выдерживают в течение часа при температуре I60°С. После охлаждения пластинку опрыскивают проявляющим реактивом №I, затем - реактивом №2.

При наличии в пробе менида и 3-хлор-4-метиланилина на пластинке появляются розовые пятна с $Rf$ соответственно 0,5 и 0,7. Окраска пятен устойчива I-2 ч.

Из стандартных пятен выбирают пятна менида и 3-хлор-4-метиланилина, близкие к соответствующим пятнам пробы по интенсивности окраски и величине, измеряют с помощью прозрачной миллиметровой бумаги площади этих пятен.

Концентрацию менида или 3-хлор-4-метиланилина (X) в воздухе в мг/м$^3$ вычисляют по формуле

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

$g$ - количество вещества в стандарте, мкг;
$S_{пр}$ - площадь пятна пробы, мм$^2$;
$S_{ст}$ - площадь пятна стандарта, мм$^2$;
$V_{20}$ - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

## УI. Требования безопасности.

Соблюдать все необходимые требования безопасности при работе в химических лабораториях.

## VII. Разработчики.

Пиленкова Инна Иосифовна
Земченкова Галина Константиновна
Фатыхова Анна Давидовна
Юркова Римма Григорьевна

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

# С О 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
Бутилкаптакса . . . . . 52
Бутокарбоксима . . . . . 59
Гидрела . . . . . 63
ГМК-Na . . . . . 66
Даконила . . . . . 70
Диазинона, эптама, гамма-изомера ГХЦГ, фенмедедифама, ленацила, фосфамида и пиразона . . . . . 77
Дигидрела . . . . . 89
Диквата . . . . . 93
Зоокумарина . . . . . 97
Карбофурана . . . . . 100
Крочетона . . . . . 104
Менида и 3-хлор-4-метиланилина . . . . . 108
Метазина и компонентов гербицидной смеси "карагард" . 113
Митака . . . . . 118
Офунака . . . . . 124
Пликтрана . . . . . 128
Ратиндана . . . . . 132
Раундана . . . . . 138
Ровраля . . . . . 143
Розалина . . . . . 148
Синтетических пиретроидов (амбуш, дельтис, рипкорд, сумицидин) . . . . . 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

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 . . . . . 218

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, фенитрооксона и п-нитрокрезола в лесной растительности и почве тонкослойной хроматографией . . . . . 241

Методические указания по определению трихлорметафоса-3 и его метаболитов в биоматериале методом газо-жидкостной хроматографии . . . . . 252

Азотсодержащие пестициды

стр.

Методические указания по хроматографическому определению буторакбокоима в почве, воде и растительном материале . . . . . 260

Методические указания по определению ,ІМК-Na, 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 паарлана 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 . . . . . 3II

Методические указания по определению остаточных количеств цинеба в сушеных овощах и плодах фотометрическим методом . . . . . 3I7

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-флюоресцентным методом. .33I