

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

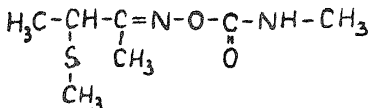
А.И.ЗАИЧЕНКО

" 12 " мая 1983 г.

№ 2808-83

## ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по хроматографическому измерению концентраций бутокاربоксима  
в воздухе рабочей зоны



И.м. 190.1

Бутокاربоксим (синоним - дравин 755, действующее начало 0- (N-метилкарбамоил)-2-метилглюбутанон-3-оксим)- белое кристаллическое вещество, температура плавления 35-37°C. Растворимость в воде 3%, хорошо растворим в большинстве органических растворителей. Технический продукт- коричневая жидкость или кристаллы, температура плавления 22-28°C.

Агрегатное состояние в воздухе при применении- пары и аэрозоль.

## I. Характеристика метода

I. Определение основано на хроматографировании бутокاربоксима в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зоны локализации препарата путем обработки раствором марганцевокислого калия или парама иода.

2. Отбор проб проводится с концентрированием ( фильтр "синяя лента", этанола ).
3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы-1 мкг.
4. Предел измерения в воздухе-0,25 мг/м<sup>3</sup> (при отборе 4 л воздуха).
5. Диапазон измеряемых концентраций -0,25 -5,0 мг/м<sup>3</sup>.
6. Определению не мешают: ГХЦГ, ДДТ, толуол, бензодин, антио и родор.
7. Граница суммарной погрешности измерения -  $\pm 16,4\%$ .
8. Ориентировочно безопасный уровень воздействия буткарбоксима в воздухе рабочей зоны-0,5 мг/м<sup>3</sup> ( рекомендуемый ).

#### П. Реактивы, растворы и материалы

Буткарбоксим, ГОСТ 18300-72  
 Хлороформ, чда, ГОСТ 20015-74  
 Гексан, ч, ТУ 6-09-3375-78  
 Ацетон, хч, ГОСТ 2603-79  
 Бензол, хч, ГОСТ 5955-75  
 Калий марганцовокислый, хч, ГОСТ 20490-75, 0,3% раствор  
 Йод кристаллический, чда, ГОСТ 4150-79  
 Натрий сернокислый, б/в, ГОСТ 4166-76  
 Фильтр беззольный "синяя лента", ТУ 6-09-1678-77  
 Подвижные фазы: 1). гексан-бензол-ацетон (10:1:3); 2). хлороформ-гексан-ацетон (5:4:1).

Стандартный раствор буткарбоксима в хлороформе концентрации 100 мкг/мл. 0,01 г буткарбоксима хч растворяют в хлороформе в мерной колбе на 100 мл и доводят растворителем до метки. Раствор устойчив 1 месяц при условии хранения в холодильнике.

#### Ш. Приборы и посуда

Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-77  
 Фильтродержатели  
 Поглощительные приборы с пористой пластинкой № 1  
 Ротационный испаритель марки ИР-1М, ТУ 25-11-917-76  
 Банка водяная, ТУ 64-1-2850-76  
 Пипетки, ГОСТ 20292-74, на 1, 2, 5 и 10 мл

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74

Пластины для хроматографии "Силуфол", размером 150 x 150 мм

Камера хроматографическая стеклянная, ГОСТ 10565-75

Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 10391-74

Камера с парами иода. На дно эксикатора в чашку Петри помещают 1-2 г кристаллов иода, смачивают водой. Длительность использования 1 месяц.

#### IV. Условия отбора проб воздуха

Исследуемый воздух со скоростью 1 л/мин аспирируют через последовательно соединенный фильтр "синяя лента" и охлаждаемый поглотительный прибор с пористой пластинкой, заполненный 5 мл этанола. Для определения 1/2 ОБУВ следует отобрать 4 л воздуха. Срок хранения проб 8 дней.

#### V. Условия анализа

Фильтр помещают в химический стаканчик и заливают 15 мл этанола, хорошо перемешивают стеклянной палочкой, фильтр отжимают и удаляют. Раствор пробы сливают в колбу ротационного испарителя, в которую сливают и этанол из поглотительного прибора. Растворитель отгоняют в вакууме при 30° С почти досуха. Сухой остаток растворяют в 0,3 мл хлороформа, омывая стенки колбы. Раствор пробы количественно наносят на хроматографическую пластинку так, чтобы диаметр пятна не превышал 0,5 см. Справа и слева от пробы наносят 0,01 ; 0,05 0,1 ; 0,2 мл стандартного раствора буткарбонима, что соответствует содержанию 1, 5, 10, 20 мкг препарата.

Пластинку помещают в камеру для хроматографирования, в которую за 20-30 мин до хроматографирования наливают подвижную фазу гексан-бензол-ацетон (10:1:3). После того, как фронт растворителя поднимется на высоту 10 см, пластинку вынимают и оставляют на воздухе до полного испарения растворителей. Затем ее опрыскивают 0,3% раствором марганцовокислого калия и нагревают над

электрической плиткой в течение 1-2 мин. На розовом фоне проявляется желтое пятно бутакарбоксима с  $R_f = 0,3 \pm 0,05$ .

В качестве альтернативы можно использовать следующие условия хроматографирования и проявления бутакарбоксима : подвижная фаза хлороформ-гексан-ацетон (5:4:1),  $R_f$  бутакарбоксима

$0,67 \pm 0,03$  ; проявляющий реагент : 1). пары мода (бутакарбоксим проявляется в виде желтых пятен на желтоваторозовом фоне ) ; 2). в УФ- свете при 254 нм препарат проявляется в виде серых флуоресцирующих пятен на зеленом фоне.

Количественное определение бутакарбоксима проводят путем сравнения интенсивности окраски и измерения площади ( с помощью промасленной миллиметровой бумаги ) пятен пробы и того стандарта, площадь которого наиболее близка по величине и интенсивности окраски к пятну пробы.

Концентрацию бутакарбоксима в воздухе ( X ) в мг/м<sup>3</sup> вычисляют по формуле:

$$X = \frac{C \cdot V_1}{V \cdot V_{20}} \quad , \text{ где}$$

C - количество препарата в анализируемом объеме пробы, мкг

$V_1$  - общий объем пробы , мл

V - объем пробы, взятый для анализа, мл

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

#### VI. Требования безопасности

Соблюдаются общие правила по технике безопасности, необходимые при работе с химическими реактивами и пестицидами .

#### VII. Разработчики.

Ахундова Н.Ш., Чопа В.Д., Кур Д.А., Узбекокий НИИ санитарии гигиены и профзаболеваний

## СОДЕРЖАНИЕ

## 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
Бутокарбосима . . . . .	59
Гидрела . . . . .	63
ГМК-На . . . . .	66
Даконила . . . . .	70
Диазинона, эптама, гамма-изомера ГХЦ, фенмедетифама, ленашила, фосфамида и пиразона . . . . .	77
Дигидгела . . . . .	89
Диквата . . . . .	93
Зоокумапина . . . . .	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, сумипидин) . . . . .	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

## П. 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- 3 и его метаболитов в биоматериале методом газо- жидкостной хроматографии . . . . .	252
---	-----



## Азотоудержающие пестициды

стр.

Методические указания по хроматографическому определению буторахлорима в почве, воде и растительном материале . . . . .	260
Методические указания по определению ИМК-На, 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 эдिला в воде, растительном масле, семенах подсолнечника, траве . . . . .	311
Методические указания по определению остаточных количеств пинабеа в сушеных овощах и плодах фотометрическим методом . . . . .	317

## Биопрепараты

Временные методические указания по определению остаточных количеств препарата вирия-диприона на растительных объектах ИФ-методом . . . . .	325
Временные методические указания по определению остаточных количеств биопрепарата вирия-КШ на растительных объектах иммуно-флюоресцентным методом. .	331