

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.

"Утвержден"

Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР

А. И. Заиченко

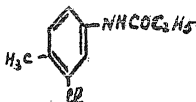
" 24 " августа 1983 г.

№2866-83

Дополнение к МУ №2311-81 от 18 марта 1981г.,
("Методические указания на хроматографи-
ческое определение диоксида и монооксида в
воздухе")

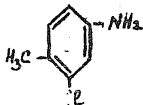
ВРЕМЕННЫЕ

Методические указания

по хроматографическому измерению концентраций
монооксида и 3-хлор-4-метиланилина в воздухе
рабочей зоны.

М.м. 197,68

Монооксид (действующее начало - 3-хлор-4-метилпропананилид) - бе-
лое кристаллическое вещество с т. плавления 69-92°C, нерастворимое
в воде. Растворимость при 20°C в % масс.: в хлороформе - 37, этан-
оле - 47, гексане - 50, метаноле - 48, ацетоне - 50. Упругость па-
ра $0,99 \cdot 10^{-10}$ мм.рт.ст. при 20°C. Выпускается в виде 25%-ного в.к.
Агрегатное состояние в воздухе - аэрозоль.



М.м. 184,6

3-хлор-4-этиланилин - желтые легкоплавкие кристаллы, т. ки-
пения 238-240°C, т. плавления 23-26°C. Плохо растворим в воде, хо-
рошо - в ацетоне, гексане, этаноле, диэтиловом эфире. Упругость
пара $5,487 \cdot 10^{-3}$ мм.рт.ст. при 20°C. Является полупродуктом в прона-

веществе менида. Агрегатное состояние в воздухе — парям аэрозоль.

I. Характеристика метода.

1. 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 1-нафтола.

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

3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы—1 мкг.

4. Предел измерения в воздухе—0,1 мг/м³.

5. Диапазон измеряемых концентраций—0,1—3,0 мг/м³.

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

7. Граница суммарной погрешности измерения $\pm 10\%$ (для менида) и $\pm 25\%$ (для 3-хлор-4-метиланилина).

8. Ориентировочный безопасный уровень воздействия менида в воздухе рабочей зоны 1 мг/м³. Рекомендуемая предельно-допустимая концентрация 3-хлор-4-метиланилина в атмосферном воздухе 0,01 мг/м³.

II. Реактивы, растворы, материалы.

Менид, 99,8%

3-хлор-4-метиланилин, 99,8%

Гексан, ч., ТУ 6-09-3375-76

Спирт этиловый, 96%, ТУ 6-09-17-10-77

Углерод четыреххлористый, х.ч., ГОСТ 20268-74

Эфир диэтиловый, х.ч., ГОСТ 6262-79

1-нафтол, ч.д.а., ГОСТ 5638-70

Кали едкое, ч.д.а., ГОСТ 9286-78

Кислота соляная, х.ч., ГОСТ 3118-77

Натрий азотнокислый, х.ч., ГОСТ 4197-75

Фильтры аэрозольные АФА-ХА-20

Иодоводородная фаза: ССl₄-диэтиловый эфир (1:1)

Проявляющий реактив №1: 1 г 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 0,1 г 1-нафтола. Используют свежеприготовленным.

Стандартные растворы менида и 3-хлор-4-метиланилина с концентрацией 1 мг/мл готовят растворением навесок 0,01 г в 10 мл

этилового спирта. Растворы устойчивы в течение трех суток.

Ш. Приборы и посуда.

Аспирационное устройство

фильтродержатели

Поглотители Рихтера, ТУ 25-II-1081-75 (средняя модель)

Испаритель ротационный ИР-М, ТУ 25-II-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

шпатель, ГОСТ 20292-74

Микрошпигетка или стеклянный капилляр

Микрошприц емкостью 10 мкл

Камера хроматографическая стеклянная, ГОСТ 10665-75

Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 10391-74

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

IV. Условия отбора проб воздуха.

Для улавливания аэрозоли менизда 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 наносят линию старта. На нее на расстоянии 15 мм друг от друга справа и слева от середины наносят серию стандартных пятен с различным содер-

жанием менида и 3-хлор-4-метиланилина. Растворы для стандартных пятен готовят в пяти пробирках, в которые с помощью микрошприца наносят соответственно 1; 5; 10; 20; 30 мкл стандартных растворов менида и 3-хлор-4-метиланилина и доводят объем в каждой из них до 100 мкл этиловым спиртом. Весь объем одной пробирки наносят в пятно, диаметр которого не должен превышать 1 см. Таким образом, на стартовой линии хроматографической пластинки размещается 5 стандартных пятен, содержащих по 1; 5; 10; 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 10 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 160°C. После охлаждения пластинку опрыскивают проявляющим реактивом №1, затем - реактивом №2.

При наличии в пробе менида и 3-хлор-4-метиланилина на пластинке появляются розовые пятна с R_f соответственно 0,5 и 0,7. Окраска пятен устойчива 1-2 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 $\text{мг}/\text{м}^3$ вычисляют по формуле

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

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

VI. Требования безопасности.

Соблюдать все необходимые требования безопасности при работе в химических лабораториях.

У11. Разработчики.

Пиленкова Ииия Иосифовна

Земчанкова Галина Константиновна

Фатымова Анна Давидовна

Кркова Рима Григорьевна

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
Бутокарбоксима	59
Гидрела	63
ГМК-На	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-метилэцилина	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, фенилтроексона 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