

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 "

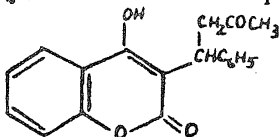
Заместитель Главного Государственного  
санитарного врача СССР

А. И. Заиченко

" 24 " августа 1983 г

№ 2867-83

## Методические указания

по хроматографическому измерению концентраций  
зоокумарина в воздухе рабочей зоны(Дополнение к Методическим указаниям на  
хроматографическое определение зоокумарина  
в воздухе № 2319-81 от 18 марта 1981г)

М.м. 308,23

3-аc-ацетонилбензид/-4-гидроксикумарин

Зоокумарин (варфарин) - белое кристаллическое вещество  
с  $T_{пл} 161^{\circ}C$ . Хорошо растворим в ацетоне, диоксане; почти не  
растворим в 95% этиловом спирте, эфире. Не растворяется в воде,  
бензоле. Малелетуч. В воздухе может находиться в виде аэрозоля.

## I. ХАРАКТЕРИСТИКА МЕТОДА

1. Определение основано на хроматографировании зоокумарина в тонком слое сил.кагеля с последующим обнаружением зоны локализации препарата путём использования реакции взаимодействия с диазотированной сульфаниловой кислотой.
2. Отбор проб проводится с концентрированием (фильтр "синяя лента")
3. Предел измерения в анализируемом объёме пробы - 5 мкг
4. Предел измерения в воздухе - 0,05 мг/м<sup>3</sup> (при отборе 100 л воздуха)
5. Диапазон измеряемых концентраций - 0,05-0,4 мг/м<sup>3</sup>
6. Определение не мешают другие гетероциклические соединения
7. Граница суммарной погрешности измерения - ± 13%
8. Предельно допустимая концентрация зоокумарина в воздухе рабочей зоны - 0,1 мг/м<sup>3</sup>

## П. РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ, МАТЕРИАЛЫ

Зоокумарин, 92%

Эфир диэтиловый, х.ч., ГОСТ 6262-79

Ацетон, х.ч., ГОСТ 2603-79

Спирт этиловый, 96%, ТУ 6-09-17-10-77

Бензол, х.ч., ГОСТ 5955-75

Сульфаниловая кислота, ч.д.а., ГОСТ 5821-78

Кали едкое, х.ч., ГОСТ 4203-65

Натрий азотистокислый, ч.д.а., ГОСТ 4197-75

Кислота соляная, х.ч., ГОСТ 3118-77

Натрий углекислый, х.ч., ГОСТ 83-79

Фильтры бумажные "оциная лента", ТУ 6-09-1678-77

Подвижная фаза : бензол-ацетон (2:1)

Проявляющий реактив : раствор 0,1г диазотированной сульфаниловой кислоты в 20 мл 10%-ного раствора углекислого натрия. Реактив готовят непосредственно перед анализом.

Диазотированную сульфаниловую кислоту получают следующим образом. 25г сульфаниловой кислоты растворяют в 125 мл 10%-ного раствора едкого кали. После охлаждения раствора добавляют 100 мл 10%-ного раствора азотистокислого натрия. Затем полученный раствор по каплям прибавляют к охлажденной льдом соляной кислоте (40 мл соляной кислоты уд.в.=1,19 в 20 мл воды) так, чтобы температура раствора не поднималась выше 8°C. Полученную диазотированную сульфаниловую кислоту отфильтровывают, промывают ледяной водой, этиловым спиртом, эфиром и сушат на воздухе. Реактив хранят в темной склянке.

Стандартный раствор зоокумарина в ацетоне концентрации 200 мкг/мл. Готовят растворением соответствующей навески препарата (с учётом действующего начала) в ацетоне в мерной колбе. Стандартный раствор устойчив в течение месяца.

## Ш. ПРИБОРЫ И ПОСУДА

Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-77

Фильтродержатели

Чашки фарфоровые диаметром 4-5 см

Микропипетки, ГОСТ 1770-74, ёмкостью 0,1; 0,2 мл с оттянутыми концами

Хроматографические пластинки "Силуфол" (ЧССР), 150x150 мм

Камера для хроматографирования, ГОСТ 10565-75

Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 10391-74

## 17. УСЛОВИЯ ОТБОРА ПРОБ ВОЗДУХА

Воздух со скоростью 10 л/мин аспирируют через фильтр "синя лента". Для определения 1/2 ПДК необходимо отобрать 100 л воздуха. Срок хранения отобранных проб в сухом и темном месте неограничен.

## У. УСЛОВИЯ АНАЛИЗА

Фильтр переносят в стаканчик, трижды промывают небольшими порциями ацетона /6-10 мл/. Фильтры отжимают стеклянной палочкой. Раствор сливают в фарфоровую чашку и упаривают на водяной бане при температуре 50°C до объема 0,1-0,2 мл, который количественно наносят на хроматографическую пластинку. На эту же пластинку наносят 0,025; 0,05; 0,1; 0,2 мл стандартного раствора зоокумарина, что соответствует 5; 10; 20; 40 мкг препарата. Затем пластинку помещают в хроматографическую камеру, в которую за 20 минут до хроматографирования была налита подвижная фаза бензол-ацетон /2:1/. После подъема фронта подвижной фазы на высоту 10 см пластинку вынимают из камеры, оставляют на воздухе до полного испарения растворителя и затем обрабатывают проявляющим реактивом. При наличии в пробе зоокумарина на пластинке проявятся желто-оранжевые пятна с величиной

$$R_f = 0,86 \pm 0,1.$$

Окрашка пятен устойчива в течение 24 часов.

Количественное определение проводят путем измерения площади пятен стандартных растворов и пробы.

Концентрацию зоокумарина в воздухе /X/ в мг/м<sup>3</sup> вычисляют по формуле :

$$X = \frac{A \cdot S_{пр}}{\sqrt{20} \cdot S_{ст}}, \text{ где}$$

A - количество препарата, найденное в пробе, мкг;

S<sub>пр</sub> - площадь пятна пробы, мм<sup>2</sup>;

S<sub>ст</sub> - площадь пятна стандарта, мм<sup>2</sup>;

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

## VI. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Соблюдать все требования по технике безопасности при работе в химических лабораториях.

## VII. Разработчики.

Зиракишвили Э.В., Татишвили И.Н.

Грузинский НИИ гигиены труда и профзаболеваний им. Н.И.Мачавиладзе.

## 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-Na . . . . .	66
Даконила . . . . .	70
Диавинона, эптама, гамма-изомера ГХЦ, феномедифама, 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 вирин-КШ на растительных объектах иммуно-флюоресцентным методом . . . . .	331