

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"

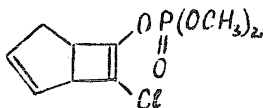
Заместитель Главного Государственного  
санитарного врача СССР

А.И.Зачченко

" 24 " августа 1983 г.

№ 2845-83

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ОПРЕДЕЛЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ХОСТАКВИКА  
В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



М. м. 250,5

Хостакик (гептенофос)-действующее начало 0,0-диметил-0- (6-хлорбисцикло /3,2,0/ гептадиен-1,5-ил) фосфат - жидкость, температура кипения  $64^{\circ}\text{C}$  (0,075 мм рт.ст.). Давление паров  $7,5 \cdot 10^{-4}$  мм рт.ст. при  $20^{\circ}\text{C}$ . Хорошо растворим в ацетоне, метаноле, ксилоле (при  $25^{\circ}\text{C}$ -1000 г/л), хуже растворим в н-гексане (130 г/л). Растворимость в воде 2,2 г/л. При применении может находиться в воздухе в виде паров и аэрозоля.

### 1. Характеристика метода

1. Определение основано на хроматографировании анализируемого соединения в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зон локализации хостакика путем обработки водно-ацетоновым раствором нитрата серебра.

2. Отбор проб проводится с концентрированием (бумажный фильтр "синяя лента", ацетон- вода 7:3).

3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы-2 мкг.

4. Предел измерения в воздухе-0,2 мг/м<sup>3</sup> (при отборе 10 л воздуха).

5. Диапазон измеряемых концентраций-0,2-10 мг/м<sup>3</sup>.

6. Определению не мешают наполнители технического препарата.
7. Граничная суммарная погрешности измерения  $\pm 1\%$ .
8. Предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны  $0,5 \text{ мг/м}^3$ .

## II. Реактивы, растворы, материалы

Ацетон, ч., ГОСТ 2601-79  
 н-Гексан, ч., ТУ-6-09-3375-78  
 Диэтиловый эфир, хч, ГОСТ 6262-79  
 Сульфат натрия безводный, ч., ГОСТ 4166-76  
 Сульфат кальция, чда, ГОСТ 3210-77  
 Нитрат серебра, чда, ГОСТ 277-75  
 Аммиак водный 25%, чда, ГОСТ 3760-79  
 Силикагель-80 5/40 + 13% гипса (Chemapol, ЧССР)  
 Пластинки "Силуфол" (Chemapol, ЧССР)  
 Фильтры бумажные беззолые "синия лента", ТУ-6-09-1678-77  
 Подвижная фаза: гексан-ацетон 2:1

Проявляющий реактив - водно-ацетоновый раствор нитрата серебра.

Навеску нитрата серебра 0,5 г растворяют в 5 мл диэтилированной воды, добавляют 7 мл аммиака ( $d = 0,9 \text{ г/см}^3$ ) и доводят объем до 100 мл ацетоном. Срок хранения в холодильнике 5-6 дней.

Стандартный раствор хлосалана, содержащий 100 мкг/мл вещества, готовят растворением 10 мг препарата в мерной колбе на 100 мл ацетона. Хранят в холодильнике не более 2-х месяцев.

## III. Приборы и посуда

Электроаспиратор для отбора проб воздуха, ТУ-64-1-862-77  
 Фильтродержатели  
 Силика для промывки и очистки газов (опилки Дрекселя)  
 ТУ-25-11-1062-75  
 Ротационный вакуумный испаритель для отгонки растворителей  
 ИР-1М, ТУ 25-11-943-74  
 Облучатель ртутно-кварцевый, ТУ-64-1-1618-72  
 Воронки делительные емкостью 250 мл, ГОСТ 1770-74  
 Колбы химические емк. 100 мл, ГОСТ 10394-72  
 Колбы грушевидные для отгонки растворителя, ГОСТ 10394-72  
 Воронки химические диаметром 6 см, ГОСТ 8613-75  
 Колбы мерные на 25, 100 мл, ГОСТ 1770-74

Шплетки мерные на 0,1 и 1 мл, ГОСТ 1770-74

Цилиндры мерные на 50 мл, ГОСТ 1770-74

Камера хроматографическая, ГОСТ 10565-75

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 10391-74

Пластины стеклянные 90 x 120 мм.

Приготовление пластинок. 14 г силикагеля и 1 г сульфата кальция смешивают с 40 мл дистиллированной воды, тщательно перемешивают. Полученную однородную массу наносят на 6-7 пластинок размером 90 x 120 мм (пластинки предварительно обезжиривают).

#### IV. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 1 л/мин последовательно аспирируют через помещенный в фильтродержатель бумажный фильтр "синяя лента" и для поглощения паров через склянку Дрекселя, содержащую 100 мл смеси ацетон-вода 7:3.

Для определения 1/2 ПДК следует отобрать не более 10 л воздуха. Длительность хранения проб в холодильнике не более 2-х дней.

#### V. Условия анализа

Бумажный фильтр, содержащий аэрозоль, из фильтродержателя помещают в коническую колбу и заливают 30 мл ацетона. Экстрагируют в течение 1 часа. Экстракцию повторяют дважды. Объединенный экстракт сушат безводным сульфатом натрия (5-7 г) и сливают в колбу для отгонки растворителя.

Смесь ацетон-вода из поглотителя переносят в делительную воронку, прибавляют 100 мл дистиллированной воды и рекэкстрагируют препарат дважды по 20 мл хлороформом.

Объединенный хлороформный экстракт сушат безводным сульфатом натрия (5-7 г) и сливают в колбу для отгонки растворителя. Отгоняют растворитель под вакуумом до объема 0,2-0,3 мл при температуре бани не больше 40°C.

Подготовленную пробу количественно наносят при помощи капиллярной шплетки на хроматографическую пластинку так, чтобы диаметр пятна не превышал 1 см. Центр пятна должен быть на расстоянии от нижнего края пластинки 1,5 см. Колбу с экстрактом 2-3 раза смывают небольшим количеством диэтилового эфира, который также наносят в центр пятна. Справа и слева от пробы наносят серию стандартных

растворов, содержащих 2, 5, 7 и 10 мкг препарата. Пластинку с нанесенными растворами помещают в хроматографическую камеру, которую за 30 мин до хроматографирования залита смесь гексан-ацетон 2:1. После поднятия фронта подвижного растворителя на 10 см пластинку вынимают и оставляют на несколько минут на воздухе для испарения подвижного растворителя. После этого пластинку обрабатывают из пульверизатора водно-ацетоновым раствором нитрата серебра и подвергают УФ облучению в течение 30 мин.

Хостаквак проявляется в виде пятен черного цвета на белом фоне  $R_f = 0,5 \pm 0,05$ .

Количественное определение пестицида проводят путем сравнения интенсивности окраски и измерения площади пятна пробы и стандартного раствора. Измерение площади производится с помощью миллиметровой бумаги. Прямолинейная зависимость между площадью пятна и содержанием препарата в пятне соблюдается в интервале 1-10 мкг. Если содержание препарата в пробе превышает верхнюю границу диапазона 10 мкг, то для нанесения на пластинку необходимо брать aliquotную часть экстракта 0,1-0,2 мл параллельной пробы.

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

$$X = \frac{q \cdot V_1}{V_2 \cdot V}, \text{ где:}$$

$q$  - количество препарата, найденное в хроматографируемом объеме пробы, мкг;

$V_1$  - общий объем пробы, мл;

$V$  - объем пробы, взятый для хроматографирования, мл;

$V_2$  - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

#### VI. Требования безопасности

Необходимо соблюдать общепринятые правила безопасности при работе с органическими растворителями, токсичными веществами и ртутно-кварцевыми приборами.

#### VII. Разработчики.

Гиренко Д.Б., Морару Л.Е., Клисенко М.А.

ВНИИТИНТОКС, г.Киев.

## 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
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, сумипирдин) . . . . .	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- 3 и его метаболитов в биоматериале методом газо- жидкостной хроматографии . . . . .	252
---	-----



## Азотоудержающие пестициды

стр.

Методические указания по хроматографическому определению бутаракбоксида 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 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