

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"

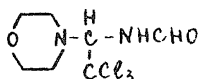
Заместитель Главного Государст-  
венного санитарного врача СССР

А.И.ЗАЙЧЕНКО

"24" августа 1983 г.

"2852.-83"

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ  
КОНЦЕНТРАЦИЙ ТРИМОРФАМИДА В  
ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



М. М. 26I,4

Триморфамид (трифоран) - действующее начало - N-(1-формамидо-2,2,2-трихлорэтил)морфолин - белое кристаллическое вещество. Растворимость: вода-3 г/л; толуол - 100 г/л; ацетон - 600 г/л; этанол - 1200 г/л. Т.пл. - 116-117°C. При обработках может находиться в воздухе в виде паров и аэрозоля.

# 1. Характеристика метода

1. Определение основано на хроматографировании анализируемого соединения на неподвижной фазе Карбовакс 20 М с детектором постоянной скорости рекомбинации (ДПР) и в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зон локализации препарата путем обработки реактивом Драгтендорфа.

2. Отбор проб проводится с концентрированием (бумажный фильтр, "синяя лента", стеклянный фильтр с пористой пластиной, вода дистиллированная).

3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы: ГЖХ-3 нг, ТСХ - 3 мкг.

4. Предел измерения в воздухе (при отборе 20 л воздуха): ГЖХ - 0,06 мг/м<sup>3</sup>, ТСХ - 0,3 мг/м<sup>3</sup>.

5. Диапазон измеряемых концентраций: - ГХХ - 0,06-1 мг/м<sup>3</sup>;  
ТСХ - 0,3-2 мг/м<sup>3</sup>
6. Определению не мешают наполнители технического препарата
7. Граница суммарной погрешности измерения - ГХХ-12,6%,  
ТСХ - 17,2%.
8. ОБУВ триморфамида - 0,3 мг/м<sup>3</sup>

## II. Реактивы, растворы, материалы

Ацетон, ч., ГОСТ 2603-79

Сульфат натрия безводный, ч., ГОСТ 4166-76

Хлороформ, хч., ГОСТ 20015-74

Фильтры бумажные беззолные "синяя лента", ТУ 6-09-1678-77

Стекланный фильтр с пористой пластиной (фильтр Шотта) №2 (40 мк)

Стандартный раствор триморфамида №1, содержащий 100 мкг/мл вещества, готовят растворением 10 мг препарата в мерной колбе с притертой пробкой в 100 мл ацетона. Хранят в холодильнике не более 2-х месяцев.

### К методу ТСХ

Гексан, ч., ТУ 6-09-3375-78

Нитрат висмута основной, ч., ГОСТ 4110-75

Винная кислота, ч., ГОСТ 5817-77

Иодид калия, хч., ГОСТ 4232-79

Сульфат кальция, чда., ГОСТ 3210-77

Силикагель ЛС 5/40 м + 13% гипса (Схема, *лв*, ЧССР)

Подвижная фаза: гексан-ацетон (1:1)

Проявляющий реактив (реактив Драггендорфа):

Готовят раствор А - 1,7 г основного нитрата висмута растворяют в 80 мл дистиллированной воды и добавляют 20 г винной кислоты.

Раствор Б - 16 г иодида калия растворяют в 40 мл дистиллированной воды. Растворы А и Б смешивают в равных объемах. При хранения в темном прохладном месте раствор стоек в течение года.

Рабочий раствор. Для обработки 1 пластинки отбирают 1 мл приготовленного основного раствора, прибавляют 2 г винной кислоты и разбавляют 10 мл дистиллированной воды.

### К методу ГХХ

Неподвижная фаза - Карбовакс 20 М-15% на хроматсне IV-AW (Схема, *лв*, ЧССР).

азот газообразный, особой чистоты, содержание  $O_2$  не более 0,003%  
Стандартный раствор №2. Для приготовления раствора с концентрацией 5 мкг/мл вносят 5 мл раствора №1 (100 мкг/мл) в мерную колбу на 100 мл и доводят до метки ацетоном. Хранят в холодильнике не более 2-х недель.

### III. Приборы и посуда

Электроаспиратор для отбора проб воздуха, ТУ-64-I-862-77

Фильтродержатели

Поглотительный прибор Зайцева, ТУ-25-IIIIO8I-75

Ротационный вакуумный испаритель для отгонки растворителей, МРТУ 42-2589-66

Водяная баня

Воронки делительные емк. 100, 200 мл

Колбы конические емк. 100 мл, ГОСТ 10394-72

Колбы грушевидные, ГОСТ 10394-72

Воронки химические диаметром 6 см, ГОСТ 8613-75

Колбы мерные на 25 мл, ГОСТ 1770-74

Цилиндры мерные на 50 мл, ГОСТ 1770-74

#### К методу ТСХ

Камера хроматографическая, ГОСТ 10565-63

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 19391-63

Пластины стеклянные 90 x 120 мм

Приготовление пластинок: 14 г силикагеля МС 5/40<sub>μ</sub> смешивают с 1 г гипса, тщательно растирают, добавляют 40 мл дистиллированной воды, хорошо перемешивают. Полученную однородную массу наносят на 6-7 пластинок размером 90 x 120 мм (пластинки предварительно обезжиривают).

#### К методу ГЖХ

Хроматограф с детектором постоянной скорости рекомбинации или с детектором по захвату электронов (марки "Цвет", Газохром или др.)

Микрошприцы на 10 мкл

Колонка стеклянная (длина 1 м, внутренний диаметр 3 мм)

### IV. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 1 л/мин последовательно аспирируют через помещенный в фильтродержатель бумажный фильтр "синяя лента"

(стеклянный фильтр Шотта) и для поглощения паров через поглотительный прибор, содержащий дистиллированную воду, в течение 20 мин. Для определения 1/2 ОБУВ следует отобрать 20 л воздуха (при определении методом ТСХ) или 10 л (при определении методом ГЖХ). Длительность хранения проб в холодильнике не более 2-х суток.

#### У. Условия анализа

Бумажный фильтр, содержащий аэрозоль помещают в коническую колбу и заливают 20 мл ацетона. Экстрагируют пластику из фильтра в течение 30 мин. Экстракцию повторяют дважды. Объединяют ацетоновый экстракт, сушат безводным сульфатом натрия и переносят в колбу для отгонки растворителя.

Дистиллированную воду из поглотителя переносят в делительную воронку и экстрагируют дважды по 10 мл хлороформа, объединяют органический слой, сушат безводным сульфатом натрия, сливают в колбу для отгонки растворителей. Отгоняют органический растворитель до объема 0,2-0,3 мл при температуре бани не выше 50°C. Досуша упаривают на воздухе. Остаток в колбе растворяют в 1 мл ацетона и определяют методом ГЖХ и ТСХ.

(Если для поглощения аэрозоля использовали стеклянный фильтр с пористой пластиной, то пористую пластинку фильтра смывают дважды по 20 мл ацетона, тщательно обмывая поверхность фильтра, сливают ацетон через слой сульфата натрия в колбу для отгонки растворителя. Из поглотителя препарат экстрагируют так, как описано выше. Объединяют органический слой, концентрируют и анализируют методом ГЖХ и ТСХ.

#### Определение методом ГЖХ

##### Условия анализа

Длина колонки-1 м

Диаметр колонки-3 мм

Твердый носитель-Хроматон КХ-АВ(0,16-0,20 мм)

Жидкая фаза-15% Карбовакс 20 М

Температура колонки - 170°C

Температура испарителя - 200°C

Температура детектора - 200°C

Газ-носитель - азот особой чистоты

Скорость потока азота - 70 мл/мин

Скорость диаграммной ленты - 240 мм/ час

Объем вводимой пробы - 5 мкл

Шкала -  $20 \cdot 10^{-12} \text{ а}$

Линейный диапазон детектирования - 0,1-4 нг

Абсолютное время удерживания - 7,1 мин

Для дополнительной идентификации хроматографирования пробы можно проводить на колонке с неподвижной фазой 5% SE-30 при аналогичных температурных условиях. В этом случае время удерживания триморфамида составляет 3,3 мин.

Количественное определение пестицида проводят по методу абсолютной калибровки.

Концентрацию препарата (X) в воздухе в  $\text{мг/м}^3$  вычисляют по формуле:

$$X = \frac{g \cdot S_{np} \cdot V_1}{S_{ст} \cdot V \cdot V_{20}}, \text{ где:}$$

$g$  - количество препарата во введенном в хроматограф стандартном растворе, мкг;

$S_{ст}$  - площадь пика стандартного раствора препарата, введенного в хроматограф,  $\text{мм}^2$ ;

$V_1$  - общий объем пробы, мл;

$S_{np}$  - площадь пика препарата в исследуемом растворе пробы,  $\text{мм}^2$ ;

$V$  - объем пробы, введенный в хроматограф, мл;

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

Определение методом ТСХ

Пробу, сконцентрированную до объема  $\approx 0,2-0,3$  мл количественно наносят при помощи капиллярной пипетки на хроматографическую пластинку так, чтобы диаметр пятна не превышал 1 см. Центр пятна должен быть на расстоянии 1,5 см от нижнего края пластинки. Колбу с экстрактом 2-3 раза смывают небольшими порциями ацетона, который также наносят в центр пятна. Справа и слева от пробы наносят серию стандартных растворов пестицида, содержащих 2, 5, 7 и 10 мкг препарата.

Пластинку с нанесенными растворами помещают в хроматографическую камеру, в которую за 30 мин до хроматографирования наливают смесь гексан-ацетон 1:1. 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 рабочим раствором реактива Драгендорфа. Триморфамид проявляется в виде

пятен кирпично-красного цвета на желтом фоне.  $R_f$  триморфамда  $0,75 \pm 0,05$ .

Количество препарата в пробе определяют сравнением интенсивности окраски и площади пятен пробы и стандартного раствора. Строится калибровочный график-зависимости количества препарата в мкг от площади интенсивности пятна. Прямолинейная зависимость между площадью и интенсивностью 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 аликвотную часть экстракта (0,1; 0,2 мл и т.д.) параллельной пробы.

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

$$X = \frac{g \cdot V_1}{V_{20} \cdot V}, \text{ где:}$$

- $g$  - количество препарата, найденное в хроматографируемой объеме, мл;  
 $V_1$  - общий объем пробы, мл;  
 $V$  - объем пробы, взятый для хроматографирования, мл;  
 $V_{20}$  - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

#### VI. Требования безопасности

Необходимо соблюдать общепринятые правила безопасности при работе с органическими растворителями и токсичными веществами

#### VII. Разработчики.

Гиренко Д.Б., Клисенко М.А.  
 ВНИИПИНТОКС, 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
Бутокарбоксима . . . . .	59
Гидрела . . . . .	63
ГМК-На . . . . .	66
Даконила . . . . .	70
Диазинона, эптама, гамма-изомера ГХЦ, фенмедетифама, ленашила, фосфамида и пиразона . . . . .	77
Дигидгела . . . . .	89
Диквата . . . . .	93
Зоокумагина . . . . .	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

## 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, 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
---	-----

## Азотодержащие пестициды

стр.

Методические указания по хроматографическому определению бутараксоима 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 эдила в воде, растительном масле, семенах подсолнечника, траве . . . . .	311
Методические указания по определению остаточных количеств пинаба 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