

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 сани-  
тарного врача СССР

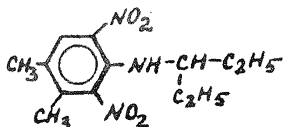
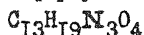
А.И.ЗАЙЧЕНКО

" 12 " мая 1983 г.  
№ 278I - 83

# ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ СТОМПА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Стомп - N - (I-этилпропил)-3,4-диметил-2,6-динитробензол-амин.

Структурная формула

Эмпирическая  
формула

М.м. 281,3

В чистом виде стомп представляет собой оранжево-желтые кристаллы без запаха. Растворимость в воде 0,3 мкг/л при 20°C. Хорошо растворим в органических растворителях. Т.пл. 56-57°C, давление насыщенного пара  $3 \cdot 10^{-5}$  мм рт.ст. при 25°C. Устойчив в кислой и щелочной среде. Выпускается в форме концентрата эмульсии (330 г д.в. на 1 л препарата), 50% смачивающегося порошка и 33% гранулированного препарата. Препарат слабодовит, ЛД<sub>50</sub> для белых крыс 2700-2930 мг/кг. При применении может находиться в воздухе в виде аэрозоля.

## I. Характеристика метода

1. Определение основано на хроматографировании стомпа на носителе с неподвижной фазой SE-30 с детектором постоянной скорости рекомбинации (ГЖХ) и (или) в тонком слое пластинок типа "silufol" с последующим обнаружением зон локализации препарата по естественной окраске пятна (ГЖХ).

2. Отбор проб воздуха проводится с концентрированием (бумажные обеззоленные фильтры "синяя лента").

3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы: ГХХ - 0,25 мкг, ТСХ - 0,5 мкг.

4. Предел измерения в воздухе (при отборе 1000 л) - ГХХ - 0,0005 мг/м<sup>3</sup>, ТСХ - 0,005 мг/м<sup>3</sup>.

5. Диапазон измеряемых концентраций - ГХХ - 0,0005-0,005 мг/м<sup>3</sup>, ТСХ - 0,005-0,04 г/м<sup>3</sup>.

6. Определению не мешают нитрофенольные пестициды, наполнители технического препарата.

7. Граница суммарной погрешности измерения - ГХХ -  $\pm 8,5\%$ , ТСХ -  $\pm 15\%$ .

8. Предельно допустимая концентрация стомпа в воздухе не установлена.

## II. Реактивы, растворы, материалы

Стомп, х.ч.

н-Гексан, хч, ТУ 6-09-3375-78

Бензол, чда, ГОСТ 5955-75

Пластины "silufol", (Хемпол, СССР) 15 x 15 см

Хроматон NX-AW-ДМС (0,16-0,20 мм) с 5% SE-30

Азот газообразный особой чистоты, ГОСТ 9293-74 (в баллоне с редуктором)

Фильтры бумажные обеззоленные ("синяя лента") диаметр 6-7 мм

Стандартный раствор стомпа (основной), содержащий 100 мкг/мл, готовят растворением 10 мг стомпа в н-гексане в мерной колбе на 100 мл.

Стандартные растворы (рабочие), содержащие 0,05-40 мкг/мл стомпа, готовят в градуированных пробирках емкостью 10 мл соответствующим разбавлением н-гексаном основного стандартного раствора.

Растворы можно хранить длительное время в склянках с притертой пробкой, в холодильнике.

## III. Приборы и посуда

Электроаспиратор для отбора проб воздуха, ТУ 64-1-862-77

Ротационный вакуумный испаритель, ИР-1М, ТУ 25-11-917-74, или

аналогичный прибор для отгонки растворителей под вакуумом

Фильтродержатели

Баня водяная, ТУ 64-I-2890 -76

Камера хроматографическая, ГОСТ 10565-63

Вакуумный водоструйный насос, ГОСТ 10396-75

Микрошприц на 10 мкл, ТУ 58 2.833.024

Посуда лабораторная стеклянная мерная, ГОСТ 1770-74

Вата стеклянная

Секундомер

Измеритель

Линейка

Хроматограф "Цвет-106" с детектором постоянной скорости разложения электронов или аналогичный прибор

#### IV. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 5 л/мин протягивают через бумажный обеззоленный фильтр ("синяя лента"), помещенный в фильтродержатель. Для анализа отбирают 100 л воздуха. Срок хранения отобранных проб - 5 суток.

#### V. Условия анализа

Фильтр помещают в стакан емкостью 100 мл, заливают 15-20 мл н-гексана и оставляют на 10-15 мин. Гексановый экстракт сливают в грушевидную колбу ротационного испарителя, тщательно отжимая фильтр стеклянной палочкой. Эту операцию повторяют 3-4 раза. Растворитель испаряют до объема 0,5-1,0 мл под вакуумом, а затем при комнатной температуре досуха. Сухой остаток растворяют в 1 мл н-гексана, колбу закрывают пришлифованной пробкой, тщательно обмывают стенки колбы растворителем и анализируют методом ГХХ и (или) ТСХ.

#### Анализ методом ГХХ

Хроматографическую колонку заполняют хроматоном М-АВ -ДМС (0,16-0,20 мм) с 5% SE-30 с применением вакуума, концы колонки закрывают стекловатой и кондиционируют при скорости азота 60 мл/мин при температуре 230°C в течение 6 часов без подсоединения к детектору. Общую подготовку прибора проводят согласно инструкции.

#### Условия определения на хроматографе

Длина колонки-1 м

Диаметр колонки-3 мм

Твердый носитель хроматон И-АВ-ДМС

Жидкая фаза - СЕ-30 (5%)

Температура колонки - 210°C

Температура испарителя - 200°C

Температура детектора - 230°C

Скорость потока азота для продувки колонки - 60 мл/мин

Скорость потока азота для продувки детектора - 150 мл/мин

Скорость диаграммной ленты самописца - 240 мм/час

Рабочая шкала электрометра -  $20 \cdot 10^{-12}$  а

Объем вводимой пробы - 5 мкл

Абсолютное время удерживания столпа составляет - 3 мин 8 сек.

Количественное определение препарата проводят методом абсолютной калибровки по высоте пиков.

Для построения градуировочного графика в хроматограф вводят последовательно по 5 мкл стандартных растворов столпа с концентрацией 0,05, 0,1, 0,2, 0,3, 0,5 мкг/мл (нг/мкл), измеряют высоту пиков и вычисляют среднее арифметическое из 5-ти определений. После этого строят график зависимости высоты пика, от количества столпа.

Концентрацию столпа в мг/м<sup>3</sup> воздуха (X) вычисляют по формуле

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

G - количество столпа, найденное по градуировочному графику, нг;

V<sub>1</sub> - общий объем раствора пробы, мл;

V - объем раствора пробы, введенный в хроматограф, мкл;

V<sub>20</sub> - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

#### Анализ методом ТСХ

Пробу в н-гексане сконцентрированную до объема 0,2-0,3 мл, количественно наносят при помощи капиллярной пипетки на стартовую линию пластинки. Рядом с пробой наносят по 0,1 мл каждого рабочего стандартного раствора столпа, чтобы получить шкалу с содержанием 0,5, 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 мкг столпа в каждом пятне. Пластинку помещают в хроматографическую камеру, куда за 10 - 15 мин до хроматографирования наливают смесь растворителей н-гексан:бензол (1:1) в таком количестве, чтобы глубина погружения

олю в растворитель составила 0,5 см. После подъема фронта растворителя от линии старта на высоту 10 см хроматографирование прекращают. О наличии стоппа в пробе воздуха свидетельствует появление на хроматограмме желтого пятна препарата с  $R_f$  0,62-0,65.

Количество стоппа в пробе определяют по площади пятна. Для этого вычисляют площадь пятна стоппа из пробы воздуха и площадь пятна стандарта, близкого по интенсивности окраски к пятну из пробы. Площадь пятен вычисляют аналогично вычислению площади прямоугольника, используя в качестве сомножителей размеры пятна по вертикальной и горизонтальной оси.

Концентрацию стоппа в  $\text{мг/м}^3$  воздуха ( $X$ ) вычисляют по формуле

$$X = \frac{G \cdot S_2}{S_1 \cdot V_{20}} , \text{ где:}$$

$G$  - количество стоппа в пятне стандарта, близкого по окраске к пятну пробы,  $\text{мкг}$ ;

$S_1$  - площадь пятна стандарта,  $\text{мм}^2$ ;

$S_2$  - площадь пятна пробы,  $\text{мм}^2$ ;

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

#### VI. Требования безопасности

Необходимо соблюдать требования безопасности, рекомендуемые для работы с ядовитыми веществами, органическими растворителями, сжатыми газами.

#### VII. Разработчики.

Пилигидина А.М., Кисенко М.А., Гиренко Д.Б.,  
ВНИИУНТОКС, 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, сумипридин) . . . . .	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
---	-----

## 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 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