

РОСКОММССИЯ ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ,  
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНИКАМИ 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 биоспрепаратов 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. Ххолькова (зам. председателя), В.Е. Кривенчук.

"Утверждаю"

Заместитель Главного Государственного санитарного врача СССР

А.И.Зайченко

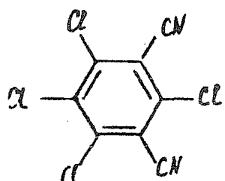
"12" -ная 1983г.

№ 2449-83

Временные методические указания  
по хроматографическому измерению концентраций  
даеконила в воздухе рабочей зоны.

Физико-химические свойства препарата.

Даеконил (хлортолонил, термил, экзотермил, фортурф, Браво -75,  
деконил 2787)



$C_8Cl_4N_2$

M. m. 265,9

2,4,5,6 -Тетрахлоризофталонитрил – белое кристаллическое вещество без запаха, т. пл. 250–251°C, т. кип. 350°C при 760 мм рт. ст.

Давление паров 0,01 мм рт. ст. при 40°C.

Растворимость в воде при 25°C 0,6 мг/л, умеренно растворим в большинстве органических растворителей: ацетоне (2%), бутаноле, диметилсульфоксиде (2%), циклогексане (3%), диметилформамиде (3%), ксиоле (8%) и др.

Препарат термостабилен, устойчив к действию щелочей, водных растворов кислот, ультрафиолета.

Выпускается в виде 75%-ного с.п., 5-10%-ных гранул.

ЛД<sub>50</sub> для мыш 5000 мг/кг.

Используется для борьбы с болезнями картофеля и томатов, виноградной лозы, хмеля, перца, баклажан, для обработки хлопчатника и других культур.

### I. Характеристика метода.

1. Определение основано на хроматографировании анализируемого соединения на неподвижной фазе 8E-30 или смеси OV-17 и QF-I с использованием детектора постоянной скорости рекомбинации (ДПР), а также в тонком слое силикагеля (окиси алюминия) с последующим применением для обнаружения зон локализации препарата проявляющего реагента.

2. Отбор проб проводится с концентрированием (бумажный фильтр "синяя лента", фильтр аналитический АФА-ХА-20).

3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы: ГЖХ - 0,2 мг; ТСХ - 0,2 мкг.

4. Предел измерения в воздухе (при отборе 30 л воздуха): ГЖХ - 0,01 мкг/м<sup>3</sup>; ТСХ - 0,01 мг/м<sup>3</sup>.

5. Диапазон измеряемых концентраций: ГЖХ - 0,01-0,1 мкг/м<sup>3</sup>; ТСХ - 0,01-0,3 мг/м<sup>3</sup>.

6. Определение не мешают изомеры ГИЦГ, гексахлорбензол, 2,4'-4,4"-ДДТ, ДДД, ДДЭ.

7. Граница суммарной погрешности измерения: ГЖХ - 10,25%; ТСХ - 15,30%.

### II. Реактивы, растворы, материалы.

Даконий, 99,6 %.

Ацетон, ч., ГОСТ 2603-79.

Гексан, ч., ТУ 6-09-3375-78.

Натрий сернокислый безводный, ГОСТ 4166-76.

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

Фильтры аналитические АФА-ХА-20.

Стандартный раствор дакония в гексане (100 мкг/мл). Рабочий стандартный раствор для ГЖХ с содержанием 0,01 мкг/мл готовят путем разведения основного. Хранят в холодильнике не более 1 мес.

#### К методу ТСХ.

Аммиак 25%-ный водный, ГОСТ 3760-79.

Нитрат серебра, ГОСТ 1277-51.

Пластинки стандартные хроматографические "Силуфол" и "Алюрол" (ЧССР).

Проявляющий реагент: к раствору 0,5 г азотникислого серебра в 5 мл дистилированной воды прибавляют 7-10 мл 2%-ного водного раствора аммиака; смесь разбавляют ацетоном до 100 мл, хранят в темном месте.

#### К методу ГИХ.

Насыпки для колонок:

SE-30 - 5% на хроматоне Н-ДВ ДМДС(0,16-0,20 мм);  
1,5% OV-17 + 1,95% QF-1 на хроматоне Н-ДВ НМДС (0,125 - 0,160 мм).

Азот газообразный особой чистоты.

#### III. Приборы и посуда.

Баня водяная, ТУ 64-1-2850-76.

Бородки химические диаметром 6 см, ГОСТ 8613-75.

Испаритель ротационный, МРТУ 42-2589-66.

Колбы юрьевские емкостью 100 мл, ГОСТ 10394-72.

Колбы грушевидные, ГОСТ 10394-72.

Колбы мерные емкостью 100 мл, ГОСТ 1770-74.

Концентриаторы (рис. I).

Лидетки мерные, ГОСТ 20292-74.

Фильтродержатели.

Цилиндры мерные на 50 мл, ГОСТ 1770-74.

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

#### К методу ТСХ.

Камера хроматографическая.

Пульверизаторы стеклянные.

#### К методу ГИХ.

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

Микромпринци на 10 мкм.

Колонки стеклянные с внутренним диаметром 3 мм длиной 1 и 2 м.

#### IV. Условия отбора проб воздуха.

Воздух со скоростью 1 л/мин в течение 30 мин. аспирируют через двойной бумажный фильтр "синяя лента" или фильтр АФА-ХА-20, закрепленный в фильтродержателе. Пробы хранят в холодильнике не более суток.

#### У. Условия анализа.

Измельченный бумажный фильтр помещают в коническую колбу и заливают 20 мл ацетона, экстрагируют в течение 1 часа. Растворитель декантируют, экстракцию повторяют, экстракти объединяют.

Объединенный экстракт, содержащий пестицид, фильтруют в колбу для отгонки растворителя (рис. I) через прокаленный сернокислый натрий, помещенный в воронку, содержащую подложку из обезжиренной ваты.

Ацетон отгоняют на ротационном испарителе под вакуумом до объема 0,2-0,3 мл; оставшийся растворитель удаляют в токе азота особой чистоты досуха; полученный "сухой" остаток немедленно (!) растворяют в 0,5 мл гексана и анализируют методом ГХХ или ТСХ.

В случае использования для отбора проб воздуха фильтров АФА-ХА-20 для экстракции используют н-гексан. Растворитель декантируют, экстракцию повторяют. Объединенный экстракт фильтруют через натрий сернокислый безводный в концентратор. Растворитель упаривают на ротационном испарителе при 40°C, затем в токе азота особой чистоты до объема 0,5 мл и анализируют ГХХ или ТСХ.

#### Определение методом ГХХ.

Газохроматографическое определение даконила производят с детектором постоянной скорости рекомбинации на хроматографе марки "Цвет" в условиях, приведенных в таблице I.

Расчет концентрации препарата ( $\text{мг}/\text{м}^3$ ) в воздухе производят по формуле

$$X = \frac{\alpha \cdot V \cdot H_x}{H \cdot \sigma \cdot 20}$$

где:

$\alpha$  - количество стандартного препарата, введенное в хроматограф, мкг;

$H$  - высота пика стандартного раствора, мм;

$H_x$  - высота пика препарата в исследуемой пробе, мм;

$\sigma$  - объем экстракта, введенный в хроматограф, мл;

$V$  - конечный объем анализируемого экстракта, мл;

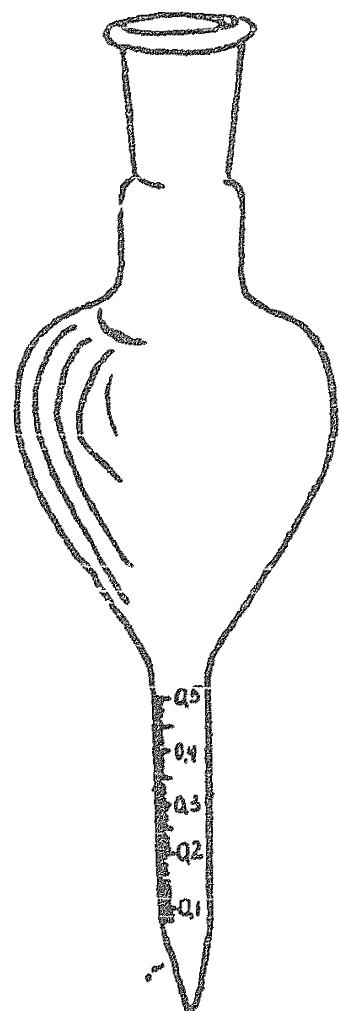


Рис. I. Колба для отгонки растворителя (концентратор).

Tudor I

Условия газохроматографического определения даконина.

I	5% SE-30	Хрома- тон Н- МКС (0,16- 0,20мм)	I	3	60	I60	I90	230	230	240	$20 \cdot 10^{-12}$	5	Имн. 46сек.
II	I,5% CY-17+ I,95% QF-I	Хрома- тон Н- МКС (0,125- 0,160мм)	2	3	40	I60	I95	230	230	240	$20 \cdot 10^{-12}$	5	6мин. 15сек.

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

#### Определение методом ТСХ.

Пробу, сконцентрированную до объема 0,1-0,2 мл, количественно (микролитркой или микрошприцом) наносят на хроматографическую пластинку ("Силуфол" или "Алюрол"). Справа и слева от пробы инициируют стандартные растворы даконила ( $O_1$ ; I и 5 мкг препарата).

Развитие хроматограмм производят в смеси гексана с ацетоном в объемном соотношении 4:1. После поднятия фронта растворителя на 10 см, пластинку приставляют на воздухе до полного испарения растворителя.

Подготовленные таким образом хроматографические пластиинки обрабатывают при помощи пульверизатора проявляющим реагентом и помещают на 7-10 мин. в ультрафиолет. Зоны локализации препарата проявляются в виде серо-черных пятен на белом фоне. Величина  $R_f$  даконила на пластиинках "Силуфол" и "Алюрол" соответственно равна 0,45 и 0,49.

Количественное определение даконила в пробе производят путем сравнения интенсивности окраски к площади пятна пробы и стандартных растворов.

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

$$X = \frac{a \cdot V}{c \cdot V_{20}} \rightarrow \text{где:}$$

$a$  - количество препарата, найденное в хроматографируемой пробе, мкг;

$V$  - общий объем пробы, мл;

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

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

#### У.Г.Требования безопасности.

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

#### У.И. Разработчики.

Клименко М.А., Демченко В.Ф., ВНИИГИТОКС, г. Киев.

## СОДЕРЖАНИЕ

I. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ В  
ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ:

	стр.
Агелона и ситрина . . . . .	3
Актеллика и примисида . . . . .	8
Алара . . . . .	13
Бензоилпропиатла 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-Na . . . . .	66
Даконила . . . . .	70
Диазинона, эптами, гамма-изомера ГХГ, фенмединифама, ленапила, фосфамида и пиразона . . . . .	77
Дигидрэла . . . . .	89
Диквато . . . . .	93
Зоокумагина . . . . .	97
Карбофурана . . . . .	100
Крошетона . . . . .	104
Менида и 3-хлор-4-метилэнапиана . . . . .	108
Метазина и компонентов тиробицидной смеси "карагард" .	113
Митака . . . . .	118
Офунака . . . . .	124
Пликтрана . . . . .	128
Ратнидана . . . . .	132
Раундана . . . . .	138
Ровраля . . . . .	143
Розалина . . . . .	148
Синтетических пяретроидов (амбуш, декс, рипкорд, суминидин) . . . . .	154
Стомпа . . . . .	161

	стр.
Сумилекса . . . . .	166
Томилона . . . . .	173
Триморфамида . . . . .	180
Фекама-трибуфона . . . . .	186
Фталана . . . . .	192
Препарата 242 и металлического хлорида (МХ) . . . . .	200
Хостаквика . . . . .	206
Эдила . . . . .	210
 П. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЬЙ СРЕДЕ	
 Хлорогранические пестициды	
Методические указания по определению остаточных количеств гексахлорана (линдана) в сушеном картофеле полярографическим методом . . . . .	218
 Фосфорогранические 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, фенитрооксона 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

## Автосодержащие пестициды

	стр.
Методические указания по хроматографическому определению буторакбоксона в почве, воде и растительном материале . . . . .	260
Методические указания по определению ,IMK-Na, гидрела, дигидрела методом спектрофотометрии в воде, растительном материале (томаты, блоки, свекла). . . . .	267
Временные методические указания по определению лонтре-ла в воде, почве и растениях методом газо-жидкостной хроматографии . . . . .	275
Временные методические указания по определению павлана 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-спектро-Фотометрии с использованием тонкослойной хроматографии . . . . .	305
Методические указания по фотометрическому определению эдина в воде, растительном масле, семенах подсолнечника, траве . . . . .	311
Методические указания по определению остаточных количеств пинеба в сушеных овощах и плодах фотометрическим методом . . . . .	317
 Биопрепараты	
Временные методические указания по определению остаточных количеств препарата вирин-диприона на растительных объектах ИФ-методом . . . . .	325
Временные методические указания по определению остаточных количеств биопрепарата вирин-КШ на растительных объектах иммуно-флуоресцентным методом. . . . .	331