

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.Заченко

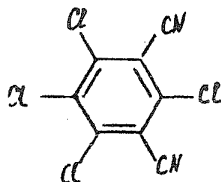
"12" мая 1983г.

N 2479-83

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

Физико-химические свойства препарата.

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


 $C_8Cl_4N_2$ 

М. м. 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%), ксилоле (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 мыс 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 8Е-30 или смеси ОУ-17 и QF-1 с использованием детектора постоянной скорости рекомбинации (ДПР), а также в тонком слое силикагеля (оксида 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: ГМХ - 0,2 нг; ТСХ - 0,2 мкг.

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

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

6. Определению не мешают изомеры ГХЦГ, гексахлорбензол, 2,4'-4,4'-ДДТ, ДДД, ДДС.

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

### II. Реактивы, растворы, материалы.

Даконил, 99,6 %.

Ацетон, ч. ГОСТ 2603-79.

Гексан, ч., ТУ 6-09-3375-78.

Натрий сернистый безводный, ГОСТ 4166-76.

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

Фильтры аналитические АФА-ХА-20.

Стандартный раствор даконила в гексане (100 мкг/мл). Рабочий стандартный раствор для ГМХ 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 1277-81.

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

Проявляющий реагент: к раствору 0,5 г азотнокислого серебра в 5 мл дистиллированной воды прибавляют 7-10 мл 25%-ного водного раствора аммиака; смесь разбавляют ацетоном до 100 мл, хранят в темном месте.

#### К методу ГХ.

Набавки для колонок:

SE-30 - 5% на хроматоне N-4W  $\text{DMDS}$  (0,16-0,20 мм);

I, 5% OV-17 + I, 95% QF-1 на хроматоне N-4W  $\text{HMDS}$  (0,125 - 0,160 мм).

Азот газообразный особой чистоты.

#### III. Приборы и посуда.

Баня водяная, ТУ 64-I-2850-76.

Воронки химические диаметром 6 см, ГОСТ 8613-75.

Испаритель ротационный, МРТУ 42-289-66.

Колбы конические емкостью 100 мл, ГОСТ 10394-72.

Колбы грушевидные, ГОСТ 10394-72.

Колбы мерные емкостью 100 мл, ГОСТ 1770-74.

Концентраторы (рис.1).

Пипетки мерные, ГОСТ 20292-74.

Фильтродержатели.

Цилиндры мерные на 50 мл, ГОСТ 1770-74.

Электроваспиратор для отбора проб воздуха, ТУ 64-I-862-77.

#### К методу ТСХ.

Камера хроматографическая.

Пульверизаторы стеклянные.

#### К методу ГХ.

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

Микрошприцы на 10 мкл.

Колонок 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, экстракты объединяют.

Объединенный экстракт, содержащий пестицид, фильтруют в колбу для отгонки растворителя (рис.1) через прокаленный сернистый 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 сернистый 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 (мг/м<sup>3</sup>) 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;

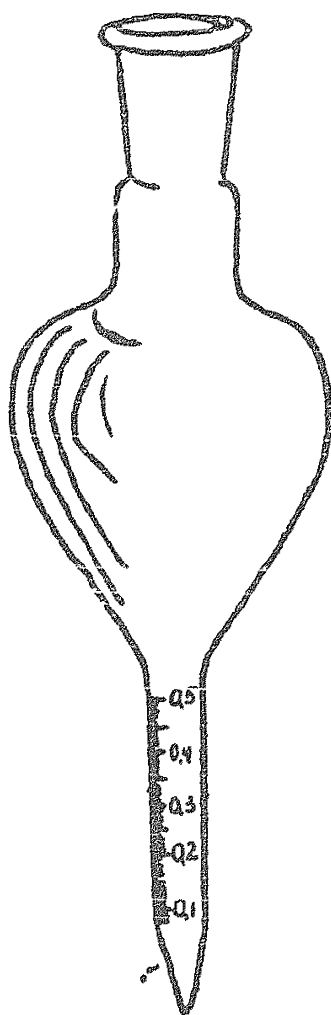


Рис. I. Колба для отгонки растворителя (концентратор).

Таблица I

Условия газохроматографического определения даконила.

| Характеристика хроматографической колонки |  |  |          | Скорость азота (мл/мин): | Температура (°C): | Скорость: Шкала: Объем: Абсол. | диаграм-: чувст-: алик-: время | мной: ват.: воти.: удер- | элект-: взятый: жива- | промет-: для: ГИХ (мл/мин, сек)     |
|---|--|--|----------|--------------------------|-------------------|--------------------------------|--------------------------------|--------------------------|-----------------------|-------------------------------------|
| Вари-: Неподв.: Тверд.: Длина: Внутр.     | через: на про-: колон-: детек-: ис-: ленты | кол.: дувку: ки: тора: пар:                          | детект.: |                          |                   |                                |                                |                          |                       |                                     |
| I   | 5%<br>8E-30                                | Хрома- I<br>тон N-<br>AW MCB<br>(0,16-<br>0,20mm)    | 3        | 60                       | 160               | 190                            | 230                            | 230                      | 240                   | 20·10 <sup>-12</sup> 5 1мин. 46сек. |
| II  | 1,95%<br>0Y-17+<br>1,95%<br>QF-I           | Хрома- 2<br>тон N-<br>AW HMD8<br>(0,125-<br>0,160mm) | 3        | 40                       | 160               | 195                            | 230                            | 230                      | 240                   | 20·10 <sup>-12</sup> 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 (микропипеткой или микрошприцом) наносят на хроматографическую пластинку ("Силуфол" или "Алюфол"). Справа и слева от пробы наносят стандартные растворы даконила (0,1; 1 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 просушивают на воздухе до полного испарения растворителя.

Подготовленные таким образом хроматографические пластинки 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 пластинках "Силуфол" и "Алюфол" соответственно равна 0,45 и 0,49.

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

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

$$X = \frac{a \cdot V}{\sigma \cdot V_{20}} \quad \text{где:}$$

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.І. Требования безопасности.

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

#### VII. Разработчики.

Кисенко 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 примипида . . . . .  | 8    |
| Алара . . . . .  | 13   |
| Бензоилпропэтила и этилового эфира N-3,4- дихлор-<br>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,<br>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,<br>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<br>количеств гексахлорана (линдана) в сушеном<br>картофеле полярографическим методом . . . . . | 213 |
|--|-----|

### Фосфорорганические пестициды

|  |     |
|--|-----|
| Методические указания по определению дифоса<br>(абата) в продуктах животного происхождения<br>методом тонкослойной хроматографии . . . . . | 218 |
|--|-----|

|   |     |
|---|-----|
| Методические указания по определению метафоса,<br>фосфамида и хлорофоса в сушеных овощах и плодах<br>(картофель, морковь, петрушка, яблоки, груши, слива)<br>методами тонкослойной и газо-жидкостной<br>хроматографии . . . . . | 223 |
|---|-----|

|   |     |
|---|-----|
| Временные методические указания по определению<br>метилнитрофоса, фенилтрооксона и п-нитрокрезола<br>в лесной растительности и почве тонкослойной<br>хроматографией . . . . . | 241 |
|---|-----|

|   |     |
|---|-----|
| Методические указания по определению трихлорметафоса-<br>3 и его метаболитов в биоматериале методом газо-<br>жидкостной хроматографии . . . . . | 252 |
|---|-----|

## Азотосодержащие 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 эдिला 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 вирия-диприона на растительных объектах ИФ-методом . . . . .          | 325 |
| Временные методические указания по определению остаточных количеств биопрепарата вирия-КШ на растительных объектах иммуно-флюоресцентным методом. . | 331 |