

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

Л.И.Заиченко

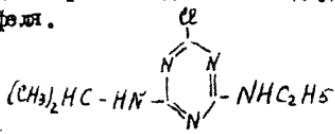
" 24 " августа 1983 г.

№ 2865-83

**Методические указания**  
по хроматографическому измерению концентраций  
компонентов гербицидных смесей агелон и ситрии  
в воздухе рабочей зоны.

Агелон представляет собой смесь атразина(33,3%) и прометрина (16,7%). Применяется для борьбы с однолетними злаковыми сорняками в посевах кукурузы и проса.

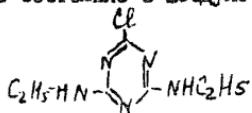
Ситрии - гербицидная смесь симазина (13,6%) и прометрина (36,4%). Применяется для борьбы с однолетними двудольными сорняками в посадках картофеля.



М.м 215,69

Атразин (действующее начало - 2-хлор-4-этиламино-6-изопропиламино-1,3,5-триазин) - белое кристаллическое вещество, т.пл.173-175°C. Хорошо растворим в дихлорометре, ацетоне. Растворимость (г) на 100 г растворителя: в пентане - 0,036; диэтиловом эфире - 1,2; метаноле - 1,8; хлороформе - 5,2. Растворимость в воде 33,0 мг/л.

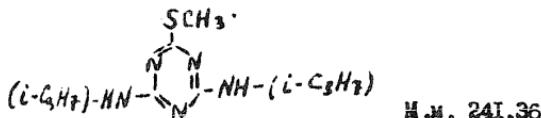
Агрегатное состояние в воздухе - аэрозоль.



М.м. 201,66

Симазин (действующее начало - 2-хлор-4,6-бис-(этиламино)-1,3,5-триазин) - белое кристаллическое вещество, т.пл.227-228°C.

Растворим в ацетоне, метаноле, хлороформе, диэтиловом эфире. Растворимость в воде 5 мг/л. Упругость пара при 20°C 6,1·10<sup>-9</sup> мм. рт.ст. Агрегатное состояние в воздухе-аэрозоль



Прометрин (действующее начало - 2-метилтире-4,6-бис-(изопропил)-амино)-1,3,5-триазин) - белое кристаллическое вещество, т.пл. 118-120°C. Растворим в ацетоне, гексане, гептане. Растворимость в воде 50 мг/л. Упругость пара при 20°C  $1 \cdot 10^{-5}$  мм.рт.ст. Агрегатное состояние в воздухе - аэрозоль.

### I. Характеристика метода.

1. Определение основано на хроматографическом разделении атразина, прометрина и симазина в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зон локализации веществ путем обработки смесью растворов бромфенолового синего и азотоксилюса серебра, а затем раствором лимонной кислоты.

2. Отбор проб проводится с концентрированием (фильтр АГА-ХА).

3. Предел измерения в анализируемом объеме (0,02 мл) пробы - 1 мкг.

4. Предел измерения в воздухе рабочей зоны (при отборе 100 л воздуха)-0,5 мг/м<sup>3</sup>, в атмосферном воздухе - 0,01 мг/м<sup>3</sup>. (Метод может быть использован для определения исследуемых веществ в атмосферном воздухе на уровне 1/2 ПДК. Для этого на пластиинку следует нанести не аликвоту, а весь объем исследуемого раствора).

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

6. Определению не мешают промазин и другие сим. триазины.

7. Граница суммарной погрешности измерения  $\pm 10\%$ .

8. Предельно-допустимая концентрация:

а) в воздухе рабочей зоны: атразина - 2,0 мг/м<sup>3</sup>, симазина - 2,0 мг/м<sup>3</sup>, прометрина - 5,0 (ориентировочно);

б) в атмосферном воздухе: атразина и симазина 0,02 мг/м<sup>3</sup>.

### II. Реактивы, растворы, материал.

Атразин (96%-ный)

Симазин (95%-ный)

Прометрин (98%-ный)

Гексан, "ч", ТУ 6-09-3375-78, перегнанный

Ацетон, "х.ч.", ГОСТ 2603-79, перегнанный

Серебро азотоксилюс, "ч.д.а.", ГОСТ 1277-75

Бромфеноловый синий, ч.д.а., ТУ 6-09-1058-76

Кислота лимонная, "ч.", ГОСТ 2652-69, 4%-ный раствор (5 мл на одну пластинку)

Фильтры АДА-ХА-20

Подвижная фаза: гексан-ацетон (3:1)

Проявляющий реагент: смесь равных объемов бромфенолового синего (0,4%-ного водного раствора) и азотнокислого серебра (2%-ного водного раствора). Реагент готовится перед употреблением (10 мл на одну пластинку)

Стандартные растворы атразина, симазина и прометрина с концентрацией 1 мг/мл готовят растворением 0,01 г вещества в 10 мл ацетона. Растворы устойчивы в течение трех суток.

### III. Приборы и посуда.

Аспирационное устройство

Фильтродержатели

Ротационный испаритель ИР-ИМ, ТУ 25-И-917-74

Колба грушевидная для отгонки растворителя, ГОСТ 10394-72

Стакан химический емкостью 100 мл, ГОСТ 10391-72

Колбы мерные, цилиндры, мензуры, ГОСТ 1770-74

Пипетки различной емкости, ГОСТ 20292-74

Пробирки градуированные со штифтом емкостью 5 мл, ГОСТ 10515-75

Камера хроматографическая стеклянная, ГОСТ 10565-75

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 10391-74

Микрошприц емкостью 10 мкл

Пластиники для тонкослойной хроматографии "Силуфол" размером 150x150 мм производства ЧССР

### IV. Условия отбора проб воздуха.

Воздух со скоростью 5-6 л/мин аспирируют через аэрозольный фильтр. Для определения 1/2 ПДК отбирают 100 л воздуха.

### V. Условия анализа.

Аэрозольный фильтр извлекают из фильтродержателя, помещают в химический стакан и трижды экстрагируют 15 мл смеси гексана с ацетоном (1:1), выдерживая по 3-4 мин. Экстракты сливают в колбу для отгонки растворителя и отгоняют смесь растворителей сначала на ротационном испарителе до объема 0,2-0,3 мл, а затем досушка в тоже воздуха. Остаток растворяют в 1 мл ацетона.

Для количественных расчетов готовят смеси атразина и прометрина (при определении агелона) или симазина и прометрина (при определении ситрина) с концентрацией каждого компонента 0,1; 0,2;

0,3; 0,4; 0,5 мг/мл (т.н., стандартная шкала). Для этого в градуированные пробирки вносят соответственно по 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5 мл стандартных растворов атразина и прометрина (при определении агелона) или симазина и прометрина (при определении сиртина) и доводят объем раствора до 1 мл ацетоном. На пластинке "Силуфол" на расстоянии 15 мм от нижнего края намечают чистый старта. По 10 мкл раствора из каждой пробирки наносят в виде отдельного пятна на линию старта на расстоянии 15 мм друг от друга (место в середине стартовой линии оставляют для исследуемой пробы). Эти пятна соответствуют содержанию 1; 2; 3; 4; 5 мкг каждого компонента смеси. Размер пятен - не более 1 см.

На пластинку со стандартной шкалой наносят 5; 10; 20 мкл полученного раствора пробы. Пластинку помещают в хроматографическую камеру, в которую за 30 мин до хроматографирования наливают подвижную фазу - гексан:ацетон (3:1). Край пластиинки должен быть погружен в растворитель не более, чем на 0,5 см. Элюируют пластиинку на высоту 10 см, вынимают ее из камеры и подсушивают на воздухе. С помощью пульверизатора пластиинку обрабатывают проявляющим реагентом - смесью растворов бромфенолового синего и азотникислого серебра, а затем раствором лимонной кислоты (для обесцвечивания фона). Атразин и прометрин проявляются в виде голубых пятен на светлом фоне с  $R_f$  0,38 и 0,44 соответственно; симазин - в виде голубых или розовых пятен на светлом фоне с  $R_f$  0,33. Окраска пятен устойчива в течение 10-15 мин.

Количественное определение проводят путем сравнения интенсивности окраски (визуально) и размера (измеряя площади) пятен пробы и стандартной шкалы.

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

$$X = \frac{g \cdot S_{\text{пр}} \cdot V_t}{V_{\text{пр}} \cdot S_{\text{ст}}}, \text{ где:}$$

$g$  - количество вещества в стандарте, мкг;

$S_{\text{пр}}$  - площадь пятна пробы стандарта соответственно,  $\text{мм}^2$ ;

$V_t$  - общий объем пробы, мл;

$V_{\text{пр}}$  - объем пробы, взятый для хроматографирования, мл;

$S_{\text{ст}}$  - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

#### VI. Требования безопасности.

Меры предосторожности при работе с препаратами - как с мало-токсичными пестицидами.

Соблюдать все необходимые требования безопасности при работе в химических лабораториях.

### УП. Разработчики.

Пильникова Инна Иосифовна

Юркова Римма Григорьевна

Всесоюзный научно-исследовательский технологический институт гормонов и регуляторов роста растений (НИТИГ), г. Уфа.

## СОДЕРЖАНИЕ

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

	стр.
Агелона и ситрина . . . . .	3
Актеллика и примисида . . . . .	8
Алара . . . . .	13
Бензоилпропиола 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-метиляпилина . . . . .	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

Автоодержание пестицида	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
<b>Биопрепараты</b>	
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

## Дополнения

Перечень материалов, необходимых для представления методик определения остаточных количеств пестицидов в Госкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорниками при Минсельхозе СССР . . . . .	338
Единые требования к методам определения содержания остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, кормах и объектах окружающей природной среды . . . . .	339