

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ  
ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ,  
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ**

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ  
ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ,  
КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ**

**Часть 17-я**

**Данные методики апробированы и рекомендованы в  
качестве официальных Группой экспертов при  
Госкомиссии по химическим средствам борьбы с  
вредителями, болезнями растений и сорняками**

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ  
ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ, БОЛЕЗНЯМИ  
РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ  
В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

Часть I7-я

Данные методики апробированы и рекомендованы в  
качестве официальных Группой экспертов при  
Госкомиссии по химическим средствам борьбы с  
вредителями, болезнями растений и сорняками

Москва - 1988г .

Настоящие методические указания предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и научно-исследовательских учреждений Минздрава СССР, а также ветеринарных, агрохимических, контрольно-токсикологических лабораторий Агропрома 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 Госагропрома СССР

Методические указания согласованы и одобрены отделом перспективного планирования санэпидслужбы ИМПитМ им.Маршановского Б.И. и Лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

#### РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

Л.Г.Александрова, Д.Б.Гиренко, А.А.Калинина (зам.председателя), М.А.Клисенко (председатель), Г.И.Короткова, И.В.Письменная, Г.А.Хохолькова, В.Е.Кривенчук.

"УТВЕРЖДАЮ"

Заместитель Главного государственного  
санитарного врача СССР

А.И.ЗАИЧЕНКО

" 21 " ноября 1985 г.

№ 4018-85

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

РОМУЦИД, синонимы- Н- 785, Н-786, Н-785/786.

Химически чистый препарат ромуцид представляет собой кристаллический продукт желтого цвета; температура плавления 73-74°C.

Технический продукт, содержащий 97% ромуцида, имеет температуру плавления не ниже 63°C. Ромуцид хорошо растворим в этаноле, ацетоне, бензоле, ксилоле и других органических растворителях. В воде растворяется плохо. Под действием сильных кислот и щелочей гидролизуется. Устойчив в герметично закрытой посуде при 20°C и влажности 80% длительное время.

Выпускается в виде 20%-ного концентрата эмульсии.

Препарат малотоксичен, LD<sub>50</sub> 4400 мг/кг (перорально) для белых мышей.

I. Характеристика метода

1. Определение основано на хроматографировании препарата в тонком слое силикагеля и последующем обнаружении с помощью гидроксида натрия.

2. Отбор проб проводится с концентрированием (фильтр Вияля лента").

3. Предел измерения 5 мкг в пробе.

4. Предел измерения в воздухе 0,1 мг/м<sup>3</sup> (при отборе 50 л).

5. Диапазон измеряемых концентраций 0,1- 1,0 мг/м<sup>3</sup>.

6. Определению не мешают препараты коллоидной серы, применяемые как  
" ромуцид, против мучнистой росы.

7. Граница суммарной погрешности не превышает  $\pm 25\%$ .

8. Предельно допустимая концентрация ромуцида (расчетная)  $\leq 2 \text{ мкг/м}^3$ .

#### П. Реактивы, растворы, материалы

Ромуцид, ч.д.а., ТУ 88 УССР 192-030-83

Ромуцид, технический, ТУ 88 УССР 192-030-83

Ацетон, ч., ГОСТ 2603-79

н-Гексан, ч., ТУ -6-09-3375-79

Стандартный раствор ромуцида в ацетоне, 100 мкг/мл

Гидроксид натрия, чда, ГОСТ-4328-77

Этанол, 96%-ный, ТУ 6-09-1710-77

Проявляющий реагент: 6%-ный раствор гидроксида натрия в этаноле

Хроматографические пластинки типа "Силуфол" UV-254, 15 x 15 см

Фильтры обеззоленные "сияя лента", ТУ-6-09-1678-77

#### И. Приборы и посуда

Весы аналитические, ВАР-200г, ТУ-25-06-1131-75

Мерные колбы на 100 мл, ГОСТ-1770-74

Мерные цилиндры на 25 и 100 мл, ГОСТ-1770-74

Микрошприц на 10 мкл типа МШ-Ю, ТУ 2-833-106

Микропипетки, ГОСТ-20292-74

Камера хроматографическая, ГОСТ-10565-75

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

Компрессор мембранный

Аспирационное устройство, ТУ-64-1-862-77

Колбы грушевидные на 50 мл

Фильтродержатель

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ-10391-74

#### IV. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 5 л/мин аспирируют через фильтр "синий лента". Для определения I/2 ПДК достаточно отобрать 5 л воздуха (Фильтры предварительно промывают ацетоном и высушивают на воздухе при комнатной температуре). Отобранные пробы можно хранить в стеклянной или полиэтиленовой таре в прохладном месте в течение 2-х недель.

#### V. Условия анализа

Фильтры с пробой помещают в химический стакан емкостью 50-100 мл, приливают 10-15 мл ацетона, экстрагируют 10 мин. Экстракции повторяют 3-4 раза. Экстракты сливают в грушевидную колбу и упаривают на ротационном испарителе досуха. К сухому остатку приливают 1 мл ацетона и упаривают растворитель током воздуха до 0,1-0,15 мл, раствор количественно переносят на хроматографическую пластинку при помощи микрошприца или микропипетки. Параллельно на пластинку наносят стандартные растворы, содержащие 5, 7, 10 и т.д. мкг ромуцида. Пластинки помещают в хроматографическую камеру с подвижной фазой (Смесь гексана и ацетона (4:1) за 2 ч. до хроматографирования наливают в хроматографическую камеру для насыщения парами). После подъема подвижной фазы на 10 см от старта (линия нанесения пробы и стандартных растворов) пластинку извлекают из камеры, помещают в вытяжной шкаф для удаления следов растворителей.

Пластинку опрыскивают 6%-ным раствором гидроксида натрия с помощью стеклянного пульверизатора. Зона локализации ромуцида проявляется в виде ярко-желтых пятен на белом фоне. Ввиду того, что интенсивность окраски пятен уменьшается после испарения этанола, контуры пятен обводят иглой. Измеряют площадь пятен стандартных растворов и пробы.

При большом содержании ромуцида в пробе (более  $1 \text{ мг/м}^3$ ) для хроматографирования берут аликвотную часть экстракта. Величина  $R_f = 0,35 \pm 0,02$ . Оценку содержания ромуцида в хроматографируемой пробе проводят путем сравнения размеров и интенсивности окраски пятен на хроматограммах пробы и стандартов. Для расчета по формуле выбирают пятно на хроматограмме стандарта, наиболее близкое по размерам пятну на хроматограмме пробы.

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

$$X = \frac{C_{\text{от}} \cdot S_{\text{пр}} \cdot V_I}{S_{\text{от}} \cdot V \cdot V_{20}},$$

где:  $C_{\text{от}}$  - количество ромуцида в стандартном растворе,  $\text{мг}$ .

$S_{\text{от}}$  - площадь пятна на хроматограмме стандарта,  $\text{мм}^2$ .

$S_{\text{пр}}$  - площадь пятна на хроматограмме пробы,  $\text{мм}^2$ .

$V_I$  - общий объем пробы,  $\text{мл}$ .

$V$  - хроматографируемый объем пробы,  $\text{мл}$ .

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

#### VI. Требования безопасности

Соблюдать все необходимые требования безопасности при работе в химических лабораториях, а также правила устройства, техники безопасности, производственной санитарии, противоэпидемиологического режима и личной гигиены при работе в лабораториях санитарно-эпидемиологических учреждений системы Минздрава СССР (№2455-81, 20.10.81 г.).

#### УП. Разработчики

Клисенко М.А. (ВНИИГИНТОКС, г. Киев), Мозговая Г.П., Неомнов Е.П., Петренко В.П. (Институт органической химии АН УССР, г. Киев).

## ОГЛАВЛЕНИЕ

стр.

Фосфорорганические пестициды

- I. Временные методические указания по определению  
актеллика и базудина в чае с помощью тонкослойной и  
газожидкостной хроматографии  
22 мая 1985 г. №3888-85 3
2. Временные методические указания по определению  
актеллика в биологическом материале хроматографи-  
ческими методами (дополнение к №2085-79)  
21 ноября 1985 г. №4038-85 II
3. Методические указания по определению дифоса  
(абата) в продуктах растениеводства методом  
тонкослойной хроматографии (дополнение к  
№1350-75 от 22.09.75 г.)  
22 мая 1985 г. №3886-85 I9
4. Методические указания по определению примипида  
в растительном материале и в почве с помощью  
тонкослойной и газожидкостной хроматографии  
21 ноября 1985 г. №4028-85 24
5. Методические указания по определению сульфидифоса  
в мясе, молоке и кормах методом тонкослойной  
хроматографии 3 января 1985 г. №3198-85 33
6. Методические указания по определению остаточных  
количеств хлорофоса в картофеле хроматоэнзимным  
методом (дополнение к №3185-85 от 03.01.85 г.)  
22.05.85 г. №3895-85 39



стр.

Хлорорганические пестициды

7. Временные методические указания по определению блазера в воде, почве, сое и зеленых листьях методом хроматографии в тонком слое  
27 ноября 1984 г. №3156-84 43
8. Временные методические указания по определению дилора в меде методом тонкослойной хроматографии  
22 мая 1985 г. №3684-85 51
9. Временные методические указания по хроматографическому определению III в воде  
22 мая 1985 г. №3876-85 57
10. Временные методические указания по определению модауна в воде и почве газожижкостной хроматографией  
21 ноября 1985 г. №4030-85 60
11. Методические указания по определению тиодана и продуктов его превращения в воде хроматографическими методами  
21 ноября 1985 г. №4035-85 64
12. Временные методические указания по определению триаллата методом газожижкостной хроматографии в воде, почве и зерне пшеницы  
21 ноября 1985 г. №4032-85 73
13. Временные методические указания по определению методами ГЖ и ТСХ аналога ювенильного гормона п-хлорфенилового эфира гераниола в зерне пшеницы, почве, воде и зеленых листьях  
12 апреля 1985 г. №3254-85 81

стр.

- I4. Временные методические указания по определению остаточных количеств физзилада в свекле методом газожидкостной хроматографии  
22 мая 1985 г. №3875-85 88
- I5. Временные методические указания по определению регулятора роста растений ЭБЭ-5 в воде, растительном материале методом ТСХ  
21 ноября 1985 г. №4031-85 93
- I6. Методические указания по определению остаточных количеств хлорорганических пестицидов и продуктов их разложения (α-изомера ГХП, γ-изомера ГХП, гептахлора, альдрина, кельтана, ДДЭ, ДДД, ДДТ) в воде хроматографическими методами при совместном присутствии  
1 июля 1986 г. №4120-86 99
- Азотсодержащие пестициды
- I7. Временные методические указания по определению ацетала в воде, почве, картофеле, зерне и зеленой массе кукурузы и сои методами ГХ и ТСХ  
21 ноября 1985 г. №4029-85 113
- I8. Методические указания по определению дифенамида в воде в воде методом тонкослойной хроматографии  
21 ноября 1985 г. №4033-85 123
- I9. Методические указания по определению карахол и его метаболита бензоилпропикислоты в почве методом газожидкостной хроматографии  
31 июля 1984 г. №3072-84 127

стр.

20. Временные методические указания по определению лентаграна в растительной продукции, почве и воде ТСХ  
12.04.85 г. №3253-85 I36
21. Методические указания по определению монуро-на и диурона в чае методом газожидкостной хроматографии 3 января 1985 г. №3187-85 I42
22. Временные методические указания по определению набу в воде, почве, капусте, сое и зеленых листьях методом хроматографии в тонком слое 22 мая 1985 г. №3880-85 I48
23. Временные методические указания по определению раундапа в воде методом ТСХ (дополнение к №2434-81)  
21 ноября 1985 г. №4034-85 I56
24. Временные методические указания по определению соналена в воде, почве и зеленой массе сои хроматографическими методами  
3 января 1985 г. №3200-85 I62
25. Временные методические указания по определению соналена в маслах подсолнечника, репса и клещевины ГХХ 22 мая 1985 г. №3894-85 I67
26. Временные методические указания по определению стомпа методом ГХХ в табаке  
12 апреля 1985 г. №3252-85 I71
27. Методические указания по определению тилта в растениях, почве, воде методом газожидкост-

## ной хроматографии

3 января 1985 г. № 3190-85

179

28. Методические указания по определению триади-  
фона (байлетона) методом ТСХ в воде

22 мая 1985 г. № 3892-85

184

29. Методические указания по определению фенмедифама и  
десмедифама в воде природных водоемов ТСХ

21 ноября 1985 г. № 4036-85

189

Прочие пестициды

30. Временные методические указания по определению оста-  
точных количеств арилона по бензолсульфонамиду в зер-  
нах хлопка, почве и воде тонкослойной хроматографией

21 ноября 1985г. № 4057-85

196

31. Методические указания по определению гидразида мале-  
иновой кислоты в табаке колориметрическим методом

12 апреля 1985г. №3251-85

204

32. Методические указания по определению диметилсуль-  
фоксида и его метаболита диметилсульфона методом  
газожидкостной хроматографии в сахарной свекле, кар-  
тофеле и зеленой массе

28 мая 1986 г. № 4119-86

211

33. Временные методические указания по определению  
остаточных количеств препарата 320-К в зерне и  
воде тонкослойной хроматографией

22 мая 1985 г. № 3890-85

217

34. Временные методические указания по определению  
ДРХ-4189 (ГЛИН) в воде, почве, растительном мате-  
риале методом газожидкостной хроматографии

22 мая 1985г. № 3885-85

225

Методические указания по определению пестицидов в воздухе

35. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций ацетала и его продукта II-хлорметил-2-метил-6-этилхлорацетанилида в воздухе рабочей зоны  
21 ноября 1985 г. №4027-85 230
36. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций препаративной формы АКГ-80А-84 в воздухе рабочей зоны  
21 ноября 1985 г. №4025-85 235
37. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций смеси геранилциссеноата и геранилоктаноата в воздухе рабочей зоны  
21 ноября 1985 г. №4024-85 239
38. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентрации геранилизовалерлата в воздухе рабочей зоны  
21 ноября 1985 г. №4026-85 243
39. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 2,4-Д в воздухе рабочей зоны  
1 июля 1986 г. №4122-86 247
40. Временные методические указания по определению дакталя в воздухе рабочей зоны газохроматографическим методом  
22 мая 1985 г. №3882-85 254
41. Методические указания по хроматографическому измерению концентрации диметилсульфата в воздухе рабочей зоны  
21 ноября 1985 г. №4021-85 260

стр.

42. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций дозанекса, 3-хлор-4-метоксианилида, 3-хлор-4-метоксинитробензола в воздухе рабочей зоны  
21 ноября 1985 г. №4017-85 266
43. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций ивина в воздухе рабочей зоны  
1 июля 1986 г. №4127-86 275
44. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций ленапила в воздухе рабочей зоны  
1 июля 1986 г. №4125-86 279
45. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций динурона в воздухе рабочей зоны  
21 ноября 1985 г. №4020-85 284
46. Временные методические указания по хроматографическому и газохроматографическому измерению концентраций донтрежа в воздухе рабочей зоны  
21 ноября 1985 г. №4016-85 288
47. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций метоксихлора, анизола и хлораля в воздухе рабочей зоны  
21 ноября 1985 г. №4022-85 298
48. Временные методические указания по фотометрическому и хроматографическому измерению концентраций микала в воздухе рабочей зоны  
22 мая 1985 г. №3881-85 307

стр.

49. Временные методические указания по измерению концентрации в воздухе рабочей зоны хроматографическими методами  
22 мая 1985 г. №3887-85 315
50. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации пентахлорнитробензола в воздухе рабочей зоны  
21 ноября 1985 г. №4041-85 322
51. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентрации ресина в воздухе рабочей зоны  
1 июля 1986 г. №4126-86 327
52. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентрации ромупида в воздухе рабочей зоны  
21 ноября 1985 г. №4018-85 331
53. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций триадимефона (байлетона) в воздухе рабочей зоны  
22 мая 1985 г. №3893-85 335
54. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций хостаквика в воздухе рабочей зоны  
1 июля 1986 г. №4124-86 340
55. Методические указания по хроматографическому измерению концентрации фозалона и полупродуктов его производства бензоксазолон и 3-оксиметил-6-хлорбензоксазолон в воздухе рабочей зоны  
21 ноября 1985 г. №4019-85 345

56. Временные методические указания по фотометрическому измерению концентрации препарата **ЭБФ-5** в воздухе рабочей зоны  
21 ноября 1985 г. № 4023-85 350
57. Методические указания по определению **лепидоцида** на обработанных им растениях иммунофлюоресцентным методом  
22 мая 1985 г. № 3891—85 355