

**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 ВНЕЙШНей 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

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 бионпрепаратов 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 ИМШиТИ им. Маршаковского Е.И. и Лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

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

"УТВЕРЖДАЮ "

Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР

А.И.ЗАЙЧЕНКО

" 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, кисилоле 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, LD₅₀ 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 Биняя лента")

3. Предел измерения 5 мкг в пробе.

4. Предел измерения в воздухе 0,1 мг/м³ (при отборе 50 л).

5. Диапазон измеряемых концентраций 0,1- 1,0 мг/м³.

6. Определение не менее препарата коллоидной серы, применяемые как ромуцид, против мучнистой росы.
7. Граница суммарной погрешности не превышает $\pm 25\%$.
8. Предельно допустимая концентрация ромуцида (расчетная) = 2мг/л³.

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 пластиинки типа "Силуфол"UV-254, 15 х 15 см

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

Ш. Приборы и посуда

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

Мерные колбы на 100 мл, ГОСТ-1770-74

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

Микреприц на 10 мкл типа МН-10, ТУ 2-933-106

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 "силикон 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 полистиленовой таре в прохладном месте в течение 2-х недель.

У. Условия анализа

Фильтры с пробой помещают в химический стакан емкостью 50-100 мл, приливают 10-15 мл ацетона, экстрагируют 10 мин. Экстракцию повторяют 3-4 раза. Экстракти сливают в грушевидную колбу и упаривают на ротационном испарителе до суха. 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 мг/м³) для хроматографирования берут аликовотную 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.

Концентрация ромуцида в воздухе (X) в мг/м³ вычисляют по формуле:

$$X = \frac{C_{\text{ст}} \cdot S_{\text{пр}} \cdot V_1}{S_{\text{ст}} \cdot V \cdot V_{20}},$$

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

$S_{\text{ст}}$ - площадь пятна на хроматограмме стандарта, мм².

$S_{\text{пр}}$ - площадь пятна на хроматограмме пробы, мм².

V_1 - общий объем пробы, мл.

V - хроматографируемый объем пробы, мл.

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

УІ. Требования безопасности

Соблюдать все необходимые требования безопасности при работе в химических лабораториях, а также правила устройства, техники безопасности, производственной санитарии, противоэпидемического 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. (ВНИИГИТОКС, г. Киев), Мозговая Г.П., Несинов Е.П., Петренко В.П. (Институт органической химии АН УССР, г. Киев).

ОГЛАВЛЕНИЕ

стр.

Фосфорорганические пестициды

1. Временные методические указания по определению актэллика и базудина в чае с помощью тонкослойной и газожидкостной хроматографии	22 мая 1985 г. №3888-85	3
2. Временные методические указания по определению актэллика в биологическом материале хроматографическими методами (дополнение к №2085-79)	21 ноября 1985 г. №4038-85	II
3. Методические указания по определению диfosса (абата) в продуктах растениеводства методом тонкослойной хроматографии (дополнение к №1350-75 от 22.09.75 г.)	22 мая 1985 г. №3886-85	19
4. Методические указания по определению примидида в растительном материале и в почве с помощью тонкослойной и газожидкостной хроматографии	21 ноября 1985 г. №4028-85	24
5. Методические указания по определению сульфидофоса 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 <u>блазера</u> 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 <u>дилора</u> в меде методом тонкослойной хроматогра- фии	22 мая 1985 г. №3884-85	51
9. Временные методические указания по хроматогра- фическому определению <u>ДЦ</u> в воде	22 мая 1985 г. №3876-85	57
10. Временные методические указания по определению <u>модауна</u> в воде и почве газожидкостной хромато- графией	21 ноября 1985 г. №4030-85	60
11. Методические указания по определению <u>тиодана</u> и продуктов его превращения в воде хроматогра- фическими методами	21 ноября 1985 г. №4035-85	64
12. Временные методические указания по определению триаллата методом газожидкостной хроматографии в воде, почве и зерне пшеницы	21 ноября 1985 г. №4032-85	73
13. Временные методические указания по определению методами ГЖХ и ТСХ <u>аналога ивенильного гормона</u> <u>п-хлорбензилового эфира гераниола</u> в зерне пшеницы, почве, воде и зеленых листьях	12 апреля 1985 г. №3254-85	81

стр.

14. Временные методические указания по определению остаточных количеств <u>фюзилада</u> в свекле методом газожидкостной хроматографии	22 мая 1985 г. №3875-85	88
15. Временные методические указания по определению регулятора роста растений ЭБ-5 в воде, растительном материале методом ТСХ	21 ноября 1985 г. №4031-85	93
16. Методические указания по определению остаточных количеств хлорорганических пестицидов и продуктов их разложения (<u>α</u> -изомера ГХГР, <u>γ</u> -изомера ГХГР, гептахлора, алльдрина, кельтана, ДДЭ, ДДД, ДДТ) в воде хроматографическими методами при совместном присутствии	1 июля 1986 г. №4120-86	99
<u>Азотсодержащие пестициды</u>		
17. Временные методические указания по определению ацетала в воде, почве, картофеле, зерне и зеленой массе кукурузы и сои методами ГЖХ и ТСХ	21 ноября 1985 г. №4029-85	113
18. Методические указания по определению <u>лифенамила</u> в воде в воде методом тонкослойной хроматографии	21 ноября 1985 г. №4033-85	123
19. Методические указания по определению карахола и его метаболита бензоилпропикуслоты в почве методом газожидкостной хроматографии	31 июля 1984 г. №3072-84	127

отр.

20. Временные методические указания по определению лентаграна в растительной продукции, почве и воде ТСХ
12.04.85 г. №3253-85 136
21. Методические указания по определению монурона и диурона в чае методом газожидкостной хроматографии 3 января 1985 г. №3187-85 142
22. Временные методические указания по определению набу в воде, почве, капусте, сое и зеленых листьях методом хроматографии в тонком слое 22 мая 1985 г. №3880-85 148
23. Временные методические указания по определению раундала в воде методом ТСХ (дополнение к №2434-81)
21 ноября 1985 г. №4034-85 156
24. Временные методические указания по определению соналена в воде, почве и зеленой массе сои хроматографическими методами
3 января 1985 г. №3200-85 162
25. Временные методические указания по определению соналена в маслах подсолнечника, репса и клещевины ТСХ 22 мая 1985 г. №3894-85 167
26. Временные методические указания по определению стомпа методом ТСХ в табаке
12 апреля 1985 г. №3252-85 171
27. Методические указания по определению тилта в растениях, почве, воде методом газожидкост-

стр.
стр.

ной хроматографии		
3 января 1985 г. № 3190-85		179
28. Методические указания по определению <u>триадимина-фона (байлетона)</u> методом ТСХ в воде		
22 мая 1985 г. № 3892-85		184
29. Методические указания по определению <u>фенмедифамина и десмедифамина</u> в воде природных водоемов ТСХ		
21 ноября 1985 г. № 4036-85		189
<u>Прочие пестициды</u>		
30. Временные методические указания по определению остаточных количеств <u>арилона</u> по бензолсульфонамиду в зернах хлопка, почве и воде тонкослойной хроматографией		
21 ноября 1985г. № 4057-85		196
31. Методические указания по определению <u>гидразида малевиновой кислоты</u> в табаке колориметрическим методом		
12 апреля 1985г. №3251-85		204
32. Методические указания по определению <u>диметилсульфоксида</u> и его метаболита <u>диметилсульфона</u> методом газожидкостной хроматографии в сахарной свекле, картофеле и зеленой массе		
28 мая 1986 г. № 4119-86		211
33. Временные методические указания по определению остаточных количеств препарата <u>320-К</u> в зерне и воде тонкослойной хроматографией		
22 мая 1985 г. № 3890-85		217
34. Временные методические указания по определению <u>ДРХ-4189 (ГЛНН)</u> в воде, почве, растительном материале методом газожидкостной хроматографии		
22 мая 1985г. № 3865-85		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-этилхлорацетанила в воздухе рабочей зоны 21 ноября 1985 г. №4027-85 230
36. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций препартивной формы АИГ-80А-84 в воздухе рабочей зоны 21 ноября 1985 г. №4025-85 235
37. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций смеси геранилгексаноата и геранилооктаноата в воздухе рабочей зоны 21 ноября 1985 г. №4024-85 239
38. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентрации геранилизовалериата 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 дактала 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 изина в воздухе рабочей зоны
1 июля 1986 г. №4127-86 275
44. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций ленапула в воздухе рабочей зоны
1 июля 1986 г. №4125-86 279
45. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций линурона в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4020-85 284
46. Временные методические указания по хроматографическому и газохроматографическому измерению концентраций лонтрела в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4016-85 288
47. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций метоксихлора, анизола и хлорал в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4022-85 298
48. Временные методические указания по фотометрическому и хроматографическому измерению концентраций никала 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 ромуцила 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 бензоксазолона и 3-оксиметил-6-хлорбензоксазолона 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

Л-39603 от 12.02.88. Зак. 1327. Тир. 2000 экз. Объем 23 п. л.
Формат 60×84/16 Ротапринт

Москва. Типография ВАСХНИЛ