

**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 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 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 ИГиЛТМ им.Маршановского Е.И. и Лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

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

"УТВЕРЖДАЮ"

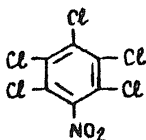
Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР

А.И.ЗАИЧЕНКО

" 21 " ноября 1985 г.

№ 4041-85

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ
ПЕНТАХЛОРНИТРОБЕНЗОЛА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



М.м. 295,4

Пентахлорнитробензол, товарные названия - квинтоцен, ПХНБ, тетрачлор, тритизан, фолосан. Порошок от белого до темно-коричневого цвета с характерным затхлым запахом, температура плавления 144-145°C. Давление паров $133 \cdot 10^{-4}$ мм рт.ст. при 20°C. Хорошо растворим в ацетоне, бензоле, гексане, толуоле и других органических растворителях, практически не растворим в воде.

Выпускается в виде 50%-ного смачивающегося порошка, 25% о.п., 96%-ного технического препарата. Применяется в качестве фунгицида. В воздухе может находиться в виде аэрозоля и паров.

I. Характеристика метода

1. Определение основано на использовании газо-жидкостной хроматографии на приборе с детектором по захвату электронов (ЗЭД, ДПР).
2. Отбор проб проводится с концентрированием (фильтр АФА-ХА-20 и пенополиуретановая пробка).
3. Предел измерения 0,0005 мкг в анализируемом объеме (2 мкл).
4. Предел измерения в воздухе 0,25 мкг/м³ (при отборе 20 л).
5. Диапазон измеряемых концентраций 0,25-5,00 мкг/м³.
6. Определению не мешают хлорорганические пестициды, в т.ч. изомеры ГХЦГ, 4,4'-ДДТ и его метаболиты, гептахлор, нитрохлор, в также нитро- и хлорбензолы - полупродукты синтеза пентахлорнитробензола.
7. Граница суммарной погрешности измерения $\pm 5,6\%$.
8. ПДК пентахлорнитробензола в воздухе 0,5 мкг/м³.

П. Реактивы, растворы и материалы

ПХНБ, эталон, гарантированной степени чистоты (не менее 90%).

Гексан, хч, ТУ 6-09-3375-78, свежеперегнанный, хроматографическая чистоты.

Твердый носитель Хроматон М-супер (0,16-0,20 мм).

Жидкая фаза метилсиликон SE-30.

Азот особой чистоты в баллонах с редуктором, ГОСТ 9293-74.

Стандартные растворы ПХНБ в гексане с содержанием 100 мкг/мл (раствор 1), 10 мкг/мл (раствор 2) и 1 мкг/мл (раствор 3).

Стандартный раствор 1 готовят растворением 10 мг ПХНБ в гексане в мерной колбе на 100 мл, если препарат представляет аналитический стандарт 100%. (Если раствор готовят из 90% препарата, то для получения раствора с содержанием 100 мкг/мл, оледует навеску II, III г растворить в 100 мл раствора). Для приготовления стандартных растворов 2 и 3 из раствора 1 в мерные колбы на 100 мл пипеткой отбирают 10 мл и 1 мл и доводят до метки гексаном. Стандартные растворы 1, 2, 3 стабильны при хранении в холодильнике в течение 3 месяцев в условиях исключения испарения растворителя.

Ш. Приборы и посуда

Хроматограф "Цвет 106" или аналогичный прибор с ЗЗД

Хроматографическая колонка стеклянная длиной 180 см, внутренним диаметром 3,5 мм.

Аспирационное устройство, ТУ 64-I-862-77

Фильтры АФА-ХА-20.

Пенополиуретановые пробочки диаметром 1 см, высотой 2 см, промытые несколько раз ацетоном, затем гексаном и высушенные на воздухе. Хранить в склянке с притертой пробкой.

Фильтродержатели.

Мерные колбы, ГОСТ 1770-74, на 100 мл.

Пипетки, ГОСТ 20292-74, на 10 и 1 мл с делениями.

Пробирки градуированные, ГОСТ 10515-75, на 20 мл с пробками на шлифах.

Стеклянные биксы, ГОСТ 7148-70, на 25 мл.

Микрошприц МШ-I на 10 мл, ТУ 2-833-106,

Пенополиуретановые полоски (поролон), ГОСТ 10174-72.

У. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 5 л/мин аспирирует через фильтр АФА-ХА-20,

помещенный в фильтродержатель и пенополиуретановую пробочку, находящуюся в ножке фильтродержателя. Для определения 1/2 ПДК ПХНБ достаточно отобрать 20 л воздуха. Пробы, отобранные на фильтр и пенополиуретановую пробочку можно хранить в закрытых бксоах при комнатной температуре в течение 5 дней.

У. Условия анализа

Для газохроматографического анализа используют готовый товарный носитель хроматон N-супер с 3% SE-30. Хроматографическую колонку заполняют насадкой с подсоединением слабого вакуума. Достаточная плотность набивки обеспечивается равномерной загрузкой и непрерывным постукиванием по колонке. Колонку кондиционируют при скорости азота 70 мл/мин в режиме программирования температуры от 50 до 270°C со скоростью нагрева 2°C/мин, а затем в изотермическом режиме при 270°C в течение 6-8 ч без подсоединения колонки к детектору.

Фильтр и пенополиуретановую пробочку из патрона переносят с помощью пинцета в бксоа. Содержимое бксоа заливают 5-7 мл гексана, дают постоять несколько минут, а затем с помощью стеклянной палочки многократно отжимают фильтр и пробочку в растворителе, после чего гексан переносят в градуированную пробирку на 20 мл. Последние капли растворителя отжимают с помощью стеклянной палочки. Фильтр и пробочку еще три раза промывают гексаном, порциями по 4-5 мл, и каждую порцию полученного раствора переносят в градуированную пробирку. Доводят общий объем раствора до 20 мл гексаном. Пробирку закрывают шлифованной пробкой, и ее содержимое тщательно перемешивают. В прибор вводят 2 мкл раствора.

Общую подготовку прибора к работе проводят согласно инструкции. Ввод проб осуществляют микрошприцом через самоуплотняющуюся мембрану испарителя хроматографа. Скорость ввода и объем вводимых проб должны быть постоянными.

Условия хроматографирования

Длина колонки	180 см
Внутренний диаметр колонки	3,5 мм
Насадка колонки	хроматон N-супер с 3% SE-30
Температура колонки	200°C
Температура испарителя	200°C
Температура детектора	250°C

Скорость потока газа-носителя азота:	
в колонке	70 мл/мин
для продувки детектора	150 мл/мин
Скорость проточки диаграммной ленты	0,4 см/мин
Объем вводимой пробы	2 мкл
Абсолютное время удерживания	4,07 мин
Линейный диапазон	0,0005-0,01 мкг(0,5-10нг)

Количественное определение ПХНБ проводят методом абсолютной калибровки по измерению высоты пиков. Градуировочный график строят по шкале стандартов, согласно таблице.

Таблица

Шкала стандартов

Номер стандарта	1	2	3	4	5	6
Стандартный раствор ПХНБ из р-ра 3 с концентрацией 1 мкг/мл, мл	2,5	5	10			
Стандартный раствор ПХНБ из р-ра 2 с концентрацией 10 мкг/мл, мл				2,5	4	5
Добавлено гексана, мл.	7,5	5	0	7,5	6	5
Содержание ПХНБ в полученном растворе, мкг/мл	0,25	0,5	1	2,5	4	5
Содержание ПХНБ в 2 мкл хроматографируемой пробы, нг	0,5	1	2	5	8	10

Для построения градуировочного графика в хроматограф вводят по 2 мкл полученных растворов, в 3-х повторностях каждого, после чего строят график зависимости высоты пика (мм) от концентрации (нг).

Концентрация ПХНБ в мг/м³ воздуха (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G \cdot V_1}{V \cdot V_{20}} \text{ , где}$$

G - количество ПХНБ, найденное по градуировочному графику в анализируемой объеме пробы, мкг;

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, противозидемического режима и личной гигиены при работе в лабораториях санитарно-эпидемиологических учреждений системы Минздрава СССР (№ 2455-8І, от 20.І0.8І г.).

УІІ. Разработчики

Лецинская Л.И., Новикова К.Ф., Аддошина Т.В. (ВНИИ химических средств защиты растений с опытным заводом, г.Москва).

ОГЛАВЛЕНИЕ

стр.

Фосфорорганические пестициды

- | | | | |
|----|---|----------------------------|----|
| I. | Временные методические указания по определению <u>актеллика</u> и <u>базудина</u> 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 хроматографическими 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 <u>хлорофоса</u> 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 ДЦ в воде
22 мая 1985 г. №3876-85 57
10. Временные методические указания по определению модауна в воде и почве газожидкостной 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 газожидкостной 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.

14. Временные методические указания по определению остаточных количеств физалида в свекле методом газожидкостной хроматографии
22 мая 1985 г. №3875-85 88
15. Временные методические указания по определению регулятора роста растений ЭБЭ-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 (α-изомера ГХЦП, γ-изомера ГХЦП, гептахлора, альдрина, кельтана, ДДЭ, ДДД, ДДТ) в воде хроматографическими методами при совместном присутствии I июля 1986 г. №4120-86 99
- Азотсодержащие пестициды
17. 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 II3
18. Методические указания по определению дифенамида в воде в воде методом тонкослойной хроматографии
21 ноября 1985 г. №4033-85 I23
19. Методические указания по определению карахола и его метаболита бензоилпропкислоты в почве методом газожидкостной хроматографии
31 июля 1984 г. №3072-84 I27

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 ГЖХ 22 мая 1985 г. №3894-85 I67
26. Временные методические указания по определению стомпа методом ГЖХ 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 триадимифона (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 остаточных количеств арилона по бензолсульфонамиду в зернах хлопка, почве и воде тонкослойной хроматографией
21 ноября 1985г. № 4057-85 196
31. Методические указания по определению гидразида малеиновой кислоты в табаке колориметрическим методом
12 апреля 1985г. №3251-85 204
32. Методические указания по определению диметилсульфоксида и его метаболита диметилсульфона 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 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 материале 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 геранилгексаноата 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 хлорала в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4022-85 298
48. Временные методические указания по фотометрическому и хроматографическому измерению концентраций милкала 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