

**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"

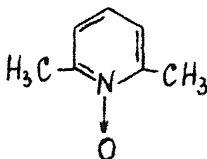
Заместитель Главного Государствен-
ного санитарного врача СССР

А.И.Заченко

" I " июля 1986 г.

№ 4127-86

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



М.м. 123,14

Ивин (действующее начало 2,6-Диметилпиридина N-оксида) бесцветная жидкость со слабым специфическим запахом, Т.кип. 240°C. Хорошо растворяется в воде, спирте, хлороформе, ацетоне и других органических растворителях. Практически не летуч. Агрегатное состояние в воздухе - аэрозоль.

I. Характеристика метода

1. Определение основано на хроматографировании препарата в тонком слое силикагеля, обнаружении зон локализации вещества после ультрафиолетового облучения парами йода с последующей обработкой пластинок 1% раствором крахмала.

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

3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы - 1мкг.

4. Предел измерения в воздухе - 0,04мг/м³ (при отборе 25литров воздуха).

5. Диапазон измеряемых концентраций - 0,04 - 0,4 мг/м³.
6. Определению не мешают: гидрел, дигидрел, хлорхолинхлорид, морфол, алар, гибберелин.
7. Граница суточной погрешности измерения $\pm 18,32\%$
8. ОБУВ и вина - 1 мг/м³.

II. Реактивы, растворы, материалы

Ивин, х.ч.
Хлороформ, х.ч., ГОСТ 20015-74
Ацетон, ч., ГОСТ 2603-79
Бензол, х.ч., ГОСТ 5955-97
Диэтиловый эфир, х.ч., ГОСТ 6269-79
Уксусная кислота, ГОСТ 1220-72
Натрий сернокислый безводный, ч., ГОСТ 4166-76
Иод кристаллический, ч.д.а., ГОСТ 4139-79
Крахмал, 1%-ный водный раствор, ГОСТ 10163-76
Подвижный растворитель: бензол-уксусная кислота (1:1,5)
Основной стандартный раствор ивина, содержащий 100 мкг/мл действующего вещества, готовят растворением 10 мг препарата в 100 мл хлороформа в мерной колбе с притертой пробкой. Хранят в холодильнике не более 3-х месяцев.

III. Применяемая посуда и приборы

Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-77
Ротационный вакуумный испаритель, ТУ 25-11-817-77 тип ИР-1М
Колбы конические емкостью 100 мл, ГОСТ 10394-72
Колбы мерные на 100 мл, ГОСТ 1770-74
Фильтры бумажные обеззоленные "Синяя лента", ТУ 8040-103-77
Микропипетки на 0,1 мл, ГОСТ 20292-74
Стакан химический емкостью 100 мл, ГОСТ 10394-72
Цилиндры мерные емкостью 50, 100 мл, ГОСТ 1770-74
Воронки химические, ГОСТ 8613-75

Камера хроматографическая, ГОСТ 10565-75
Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 10391-74
Пластины "Силуфол" (производства СССР)
Ртутно-кварцевая лампа ПРК-4, ТУ 16-536-280-74
Камера с парами иода (10-20 г кристаллического иода помеща-
ются на дно герметически закрытой камеры)

IV. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 5 л/мин аспирируют через бумажный
фильтр "синяя лента". Для определения $I/2$ ОБУВ достаточно
отобрать 0,5 л воздуха.

V. Условия анализа

Фильтр, предварительно промытый смесью ацетон-диэтиловый
эфир^(1:1), помещают в коническую колбу и заливают 20 мл хлороформа.
Экстрагируют ивин из фильтра в течение 30 минут. Экстракцию повто-
ряют дважды (по 20 мл). Объединяют хлороформный экстракт, сушат
безводным сульфатом натрия и переносят в колбу для отгонки рас-
творителя. Упаривают органический растворитель до объема 0,1-
0,2 мл при температуре бани не выше 60°C. Далее остаток наносят
количественно на хроматографическую пластинку. Справа и слева
от пробы наносят стандартные растворы ивина, содержащие 2, 5,
7 и 10 мкг препарата.

Пластинку помещают в хроматографическую камеру со смесью
бензол-уксусная кислота (1:1,5). После поднятия фронта подвиж-
ного растворителя на 10 см, пластинку вынимают из камеры и ос-
тавляют на воздухе до полного испарения растворителя. Затем
пластинку подвергают УФ-облучению в течение 10 минут. После
чего помещают в камеру иода на 5 минут, затем выветривают на
воздухе и проявляют 1% водным раствором крахмала. Ивин проявля-
ется в виде синих пятен на белом фоне с величиной $R_f = 0,58 \pm 0,02$.

Количество препарата в пробе определяют сравнением интен-
сивности окраски и площади пятен пробы и стандартного раствора.

Строят градуировочный график зависимости количества препарата в мкг от площади и интенсивности пятна. Прямолинейная зависимость между площадью и интенсивностью пятна и содержанием препарата в пятне соблюдается в интервале 1-10 мкг.

Если содержание препарата в пробе превышает верхнюю границу диапазона (10 мкг), то для нанесения на пластинку необходимо брать аликвотную часть экстракта.

Концентрацию препарата (X) в воздухе в мг/м³ вычисляют по формуле:

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

где

G - количество препарата, найденное в хроматографируемом объеме пробы, мкг;

V₁ - общий объем пробы, мл;

V - хроматографируемый объем пробы, мл;

V₂₀ - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

У1. 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 (№ 2455-81, 20.10.81 г.).

УП. Разработчики

Джагацян С.А., Бунятян Ю.А. (Филиал ВНИИГИНТОКСа, г.Ереван)

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 бензоилпропкислоты 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 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 ариллона 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 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