

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 ВНЕЙШНЯЯ СРЕДОВИШТЕ

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 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"

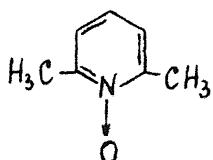
Заместитель Главного Государствен-  
ного санитарного врача СССР

А.И.Зайченко

"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*-оксид) бесцветная жидкость со слабым специфическим запахом, Т.кип. 240°С. 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 иода с последующей обработкой пластинок 1% раствором крахмала.

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

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

4. Предел измерения в воздухе – 0,04 мг/м<sup>3</sup> (при отборе 25 литров воздуха).

5. Диапазон измеряемых концентраций - 0,04 - 0,4 мг/м<sup>3</sup>.

6. Определению не мешают: гидрол, дигидрол, хлорхолинхлорид, морфол, алар, гибберелин.

7. Граница суммарной погрешности измерения ± 18,32%.

8. ОБУВ ивина - 1 мг/м<sup>3</sup>.

## II. Реактивы, растворы, материалы

Ивин, х.ч.

Хлороформ, х.ч., ГОСТ 20015-74

Ацетон, ч., ГОСТ 2603-79

Бензол, х.ч., ГОСТ 5955-91

Диэтиловый эфир, х.ч., ГОСТ 6269-79

Уксусная кислота, ГОСТ 19290-72

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.

## Ш. Применяемая посуда и приборы

Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-77

Ротационный вакуумный испаритель, ТУ 25-И-917-87 тип ИР-ГМ

Колбы конические емкостью 100 мл, ГОСТ 10394-72

Колбы мерные на 100 мл, ГОСТ 1770-74

Фильтры бумажные обеззоленные "Синяя лента", ТУ 6-09-1309-77

Микропипетки на 0,1 мл, ГОСТ 20292-74

Стекан 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

Пластинки "Силуфол" (производства ЧССР)

Ртутно-кварцевая лампа ПРК-4, ТУ 16-536-280-74

Камера с парами иода (10-20 г кристаллического иода помещаются на дно герметически закрытой камеры)

#### IV. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 5 л/мин ~~вспирируют~~ 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, помещают в коническую колбу и заливают 20 мл хлороформа. Экстрагируют ивин из фильтра в течение 30 минут. Экстракцию повторяют дважды (по 20 мл). Объединяют хлороформный экстракт, сушат безводным сульфатом натрия и переносят в колбу для отгонки растворителя. 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 нансят 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 подвижного растворителя на 10 см, пластинку вынимают из камеры и оставляют 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 проявляется в виде синих пятен на белом фоне с величиной  $R_f = 0,58 \pm 0,02$ .

Количество препарата в пробе определяют сравнением интенсивности 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 (Х) в воздухе в мг/м<sup>3</sup> вычисляют по формуле:

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

где

Г - количество препарата, найденное в хроматографируемом 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.

#### VI. Требования безопасности

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

#### УП. Разработчики

Джаганцян С.А., Бумблян В.А. (Филиал ВНИИИИТОКСа, г. Ереван)

## 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 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	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 количество <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 <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 хроматографии	22 мая 1985 г. №3884-85	51
9. Временные методические указания по хроматографическому 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 хроматографией	21 ноября 1985 г. №4030-85	60
11. Методические указания по определению <u>тиодана</u> 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 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 <u>ЭБ-5</u> 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-изомера ГХГР</u> , <u>γ-изомера ГХГР</u> , гептахлора, алльдрина, кельтана, ДДЭ, ДДД, ДДТ)	в воде хроматографическими методами при совместном присутствии I июля 1986 г. №4120-86	99
<u>Азотсодержащие пестициды</u>		
17. Временные методические указания по определению <u>ацетала</u> 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>дифенамила</u> в воде в воде методом тонкослойной хроматографии	21 ноября 1985 г. №4033-85	123
19. Методические указания по определению карахола и его метаболита бензоилпропицислоты 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.
ной хроматографии	360
3 января 1985 г. № 3190-85	179
28. Методические указания по определению <u>триадимина-фона</u> (байлетона) методом ТСХ в воде	184
22 мая 1985 г. № 3892-85	184
29. Методические указания по определению <u>фенмедифамина</u> и <u>десмедифамина</u> в воде природных водоемов ТСХ	189
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	196
21 ноября 1985 г. № 4057-85	196
31. Методические указания по определению <u>гидразида малеиновой кислоты</u> в табаке колориметрическим методом	204
12 апреля 1985 г. № 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	211
28 мая 1986 г. № 4119-86	211
33. Временные методические указания по определению остаточных количеств препарата 320-К в зерне и воде тонкослойной хроматографией	217
22 мая 1985 г. № 3890-85	217
34. Временные методические указания по определению <u>ДРХ-4189 (ГДИН)</u> в воде, почве, растительном материале методом газожидкостной хроматографии	225
22 мая 1985 г. № 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 геранилкетеноат и геранилоктаноата 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 ленацита 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 лонтреза 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 бензоказолона и 3-оксиметил-6-хлорбензоказолона 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