

**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

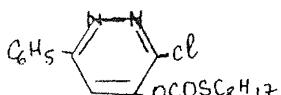
"12" апреля 1985 г.  
№353-85

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ЛЕНТАГРАНА  
ПРОДУКЦИИ, ПОЧВЕ И ВОДЕ ХРОМАТОГРАФИЕЙ В ТОНКОМ СЛОЕ

I.1. Лентагран

I.2. S-Октил-0-(6-хлоро-3-фенилпиримидазинил-4)тиокарбонат

I.3. Структурная формула



C<sub>19</sub>H<sub>23</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>2</sub>  
Мол. масса 378,9

I.4. Пиридат, СЛ II 344

I.5. Химически чистое соединение - белое кристаллическое вещество с температурой плавления 27°C. Растворимость в воде 90 мг/л. Хорошо растворяется в большинстве органических растворителей.

Препарат малотоксичен для теплокровных животных. LD<sub>50</sub> для крыс 2000 мг/кг.

Выпускается в форме смачивавшихся порошков, содержащих различные количества действующего вещества.

## 2. Методика определения лентаграна

### 2.1. Основные положения

#### 2.1.1. Принцип метода

Метод основан на извлечении лентаграна из растительных проб, почвы и воды органическим растворителем (ацетон, н-гексан), очистке экстрактов путем перераспределения между двумя несмешивающимися жидкостями. Количественное определение проводят хроматографией в тонком слое.

#### 2.1.2. Метрологическая характеристика метода

Минимально детектируемое количество 1-2 мкг

Нижний предел определения

$R$  - размах вариации, %

в растениях	70,0-90,0
в почве	80,0-95,0
в воде	81,0-100

$\bar{C}$  - среднее значение определения, %

в растениях	78,6
в почве	87,5
в воде	89,5

$s$  - стандартное отклонение

в растениях	$\pm 9,0$
в почве	$\pm 8,7$
в воде	$\pm 7,9$

Доверительный интервал среднего при  $\alpha=0,95$  и  $n=5$

для растений	$78,6 \pm 9,0$
для почвы	$87,5 \pm 8,7$
для воды	$89,5 \pm 7,9$

### 2.1.3. Избирательность метода

Метод специфичен, другие соединения в данных условиях хроматографирования определению не мешают.

### 2.2. Реактивы и растворы

Ацетон, х.ч., ГОСТ 2603-79

Аммиак, ч.д.а., ГОСТ 3760-79

Ацетонитрил, ч., ТУ 6-09-3534-74

Висмут азотнокислый, ч.д.а., ГОСТ 4110-75

Калий иодистый, х.ч., ГОСТ 4232-74

н-Гексан, ТУ 6-09-3375-78

Натрий сернокислый безводный, ч.д.а., ГОСТ 4166-76

Натрий хлористый, ч.д.а., ГОСТ 4233-77

Силикагель для хроматографии, ЛС 5/40 (ЧССР)

Кальций сернокислый, ч.д.а., ГОСТ 3210-77

Серная кислота, х.ч., ГОСТ 4204-77

Дистиллированная вода

Стандартный раствор лентаграна в ацетоне с концентрацией 100 мкг/мл

Серебро азотнокислое, ч., ГОСТ 1277-75

#### Произвляющие реактивы

1. Реактив Драгендорфа в модификации А.С.Тищенко. Растворяют 1,5 г нитрата висмута и 7,5 г иодида калия в 100 мл 2%-ной серной кислоты.

2. 0,5 г азотнокислого серебра растворяют в 5 мл дистиллированной воды, добавляют 7 мл аммиака и доводят до 100 мл ацетоном.

### 2.3. Приборы и посуда

Аппарат для встряхивания, АВУ-1, ТУ 64-1-1081-73

Испаритель ротационный, ИР-1м, ТУ 2-11-917-74

Прибор для облучения УФ-светом с лампой ПРИ-4, ТУ 16-535-280-74

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 10391-74

Камера для опрыскивания, ТУ 25-II-430-70

Хроматографическая камера, ГОСТ 10565-75

Воронки химические, ГОСТ 8613-81

Колбы конические со шлифом и пробками на 250-500 мл, ГОСТ 10394-77

Колбы круглодонные со шлифом на 100-250 мл, ГОСТ 10394-72

Делительные воронки на 250-500 мл, ГОСТ 8613-81

Пипетки на 0,1 мл, ГОСТ 20292-74

Цилиндры мерные на 50-100 мл, ГОСТ 1770-61

#### 2.4. Отбор проб

Отбор и хранение проб производится в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб", утвержденными Заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР № 2051-79 от 21 августа 1979 года.

#### 2.5. Подготовка к определению

##### 2.5.1. Приготовление пластинок

Стеклянные пластинки размером 9 x 12 см тщательно моют. 3,5 г силикагеля смешивают в ступке с 1,5 г сернокислого кальция, добавляют 30 мл дистиллированной воды, хорошо перемешивают и равномерно наносят на 5 пластинок. Сушат их при комнатной температуре 17-18°Cсов, затем в сушильном шкафу 20 минут при температуре 170-180°C и хранят в экскаваторе над слоем осушителя.

#### 2.6. Проведение определения

Вода. 200 мл воды помещают в делительную воронку и досаливают 10-15 г хлористого натрия. Лентагран экстрагируют тремя порциями Н-гексана по 50 мл каждый раз в течение 5 минут. Объединенный экстракт фильтруют на слое безводного сернокислого натрия. Растворитель отгоняют на ротационном испарителе до 0,2-0,3 мл при температуре воды в бане около 50°C. Остаток удаляют в токе воздуха.

Почва. 100 г измельченной почвы помещают в коническую колбу с притертой пробкой, заливают 200 мл водного ацетона (1:1) или 80 мл ацетона. Экстракцию пиридата проводят путем энергичного встряхивания в течение одного часа. Раствор фильтруют и переносят в деликатную воронку, добавляют 200 мл дистиллированной воды (в случае экстракции водным ацетоном) и экстрагируют лентагран тремя порциями гексана по 50 мл. Растворитель объединяют, сушат над безводным сернокислым натрием, концентрируют до 0,2-0,3 мл. Остаток удаляют в токе воздуха. Ацетоновый экстракт отгоняют на ротационном испарителе.

Зеленая масса кукурузы. 40 г измельченной зеленой массы кукурузы помещают в коническую колбу с притертой пробкой, заливают до покрытия поверхности н-гексаном или этилацетатом. Экстракцию проводят путем энергичного встряхивания в течение одного часа. Экстракт отфильтровывают через складчатый фильтр со слоем безводного сернокислого натрия. Растворитель отгоняют на ротационном испарителе до объема 0,2-0,3 мл. Остаток удаляют в токе воздуха.

#### 2.5.2. Очистка экстрактов

Сухой остаток растворяют в 5 мл ацетонитрила, добавляют 100 мл воды и отфильтровывают через складчатый фильтр.

Лентагран экстрагируют 3 порциями н-гексана по 70 мл в течение 5 минут.

Экстракты объединяют, сушат над безводным сернокислым натрием и отгоняют на ротационном испарителе до 0,3 мл.

#### 2.5.3. Идентификация и количественное определение лентаграна

Пробу, концентрированную до 0,3 мл, количественно переносят на пластинку с сорбентом.

Параллельно вносят серию стандартных растворов с содержанием

3, 5, 10 мкг действующего вещества лентаграна.

При необходимости используют двумерную хроматографию, используя в качестве первой подвижной фазы хлороформ. Затем пластинку помещают в камеру с системой подвижных растворителей и-гексан-ацетон 4:1 по объему.

После обработки стеклянных пластинок реактивом Драгендорфа лентагран проявляется в виде красных пятен с величиной  $R_f = 0,65 \pm 0,05$ . Нижний предел обнаружения 2 мкг.

После обработки хроматограмм азотнокислым серебром их помещают под источник УФ-света до четкого появления пятен препарата.

Содержание лентаграна в исследуемой пробе вычисляют по формуле:

$$X = \frac{A}{P} , \text{ где}$$

A - количество препарата, найденное на хроматограмме при сравнении со стандартом, мкг;

P - навеска или объем воды, г, мл;

X - содержание лентаграна в пробе, мг/кг, мг/л.

### 3. Техника безопасности

Необходимо соблюдать общепринятые правила безопасности при работе с органическими растворителями и токсичными веществами.

4. Методика разработана Красных А.А., Чебышевой В.М. (ВНИИ защиты растений).

## ОГЛАВЛЕНИЕ

стр.

Фосфорорганические пестициды

<b>1. Временные методические указания по определению актэллика и базудина в чае с помощью тонкослойной и газожидкостной хроматографии</b>	22 мая 1985 г. №3888-85	3
<b>2. Временные методические указания по определению актэллика в биологическом материале хроматографическими методами (дополнение к №2085-79)</b>	21 ноября 1985 г. №4038-85	II
<b>3. Методические указания по определению диfosса (абата) в продуктах растениеводства методом тонкослойной хроматографии (дополнение к №1350-75 от 22.09.75 г.)</b>	22 мая 1985 г. №3886-85	19
<b>4. Методические указания по определению примидида в растительном материале и в почве с помощью тонкослойной и газожидкостной хроматографии</b>	21 ноября 1985 г. №4028-85	24
<b>5. Методические указания по определению сульфидофоса в мясе, молоке и кормах методом тонкослойной хроматографии</b>	3 января 1985 г. №3198-85	33
<b>6. Методические указания по определению остаточных количеств хлорофоса в картофеле хроматоэнзимным методом (дополнение к №3185-85 от 03.01.85 г.)</b>	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)	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 (ГЛИН)</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 ленапиля 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 лонтреля 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 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