

**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.Заиченко

"21" ноября 1985 г.

Рег.№ 4030-85

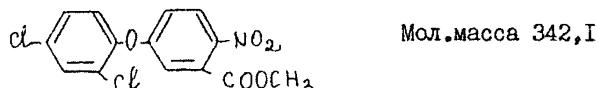
ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МОДАУНА  
В ВОДЕ И ПОЧВЕ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИЕЙ

I. Краткая характеристика препарата

I.1. Модаун, бифенокс

I.I.I. 2-нитро-5-(2,4-дихлофенокси)бензойной кислоты метиловый эфир

I.2. Структурная формула



I.3. Желтое кристаллическое вещество, т.пл. 84-86°С. Растворимость в воде 0,35 мг/л, в ацетоне 400 г/кг, в ксилоле 30%, хлорбензоле 40%, в алифатических углеводородах менее 1%.

Выпускается в виде 80%-го с.п. с содержанием в концентрате эмульсии по д.в. 200 г/л и 10% гранул.

$LD_{50}^{rat}$  крыс более 6400 мг/кг. Не раздражает кожу. Практически не токсичен для пчел и других насекомых. Мало токсичен для рыб. Предложен для борьбы с сорняками растений в посевах риса.

МДУ и ПДК не установлены.

2. Методика определения

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Метод основан на извлечении препарата из воды и почвы органическими растворителями. Почвенные экстракты очищаются от коэкстрактивных веществ перераспределением с концентрированной серной кислотой и хроматографированием в тонком слое силикагеля. Количественное определение производят с помощью газовой хроматографии.

### 2.1.2. Метрологическая характеристика метода.

Предел обнаружения в воде - 0,001 мг/л, в почве - 0,002 мг/кг.

Размах варьирования, Р, % в воде - 86-89, в почве 65-77.

Среднее значение определения,  $\bar{x}$ , % в воде - 88,6, в почве - 69,8.

Стандартное отклонение,  $S$ , % в воде - 2,3, в почве - 4,6.

### 2.1.3. Определению в воде мешают гербициды группы нитродифениловых эфиров, имеющие близкие параметры удерживания ГХХ. Применение очистки на пластинке ТСХ позволяет разделить соединения этой группы.

### 2.2. Реактивы и растворы.

Гексан, х.ч., ТУ 6-09-3375-78; Стандартный раствор модауна

Ацетон, ч.д.а. ГОСТ 2603-79; с концентрацией I - 100 мкг  
в мл

Кислота серная, х.ч., уд.вес I,84, ГОСТ 4204-76;

Натрий сернокислый безводный, ч., ГОСТ 4166-76;

Алюминий сернокислый, ч.д.а., ГОСТ 3758-75;

### 2.3. Приборы и посуда

Газовый хроматограф серии Цвет-100, оснащенный детектором постоянной скорости рекомбинации, или аналог

Колбы грушевидные на шлифах КШ 50 29/32 ТС, ГОСТ 10394-72;

Колбы конические на шлифах КШ 50 29/32 ТС, ГОСТ 10394-72;

Воронки делительные ВД-3-500, ГОСТ 9613-75;

Воронки конические диаметр 5 см; Пластиинки "Силуфол УВ 254";

Колбы мерные 100 мл, ГОСТ 1770-74; Хроматографические камеры;

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

Ротационный испаритель ИР-1М ТУ 25211-917-74;

Микрошприцы МШ-10М, ТУ 2.833.106;

### 2.4. Подготовка к определению

Органические растворители необходимо перегнать, сульфат натрия безводный прокалить при температуре 300<sup>0</sup>С.

#### 2.4.1. Отбор проб

Отбор проб для анализа проводят в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов", утвержденными Заместителем Главного государственного врача СССР № 205-79 от 21.08.79 г.

Для анализа отбирают 200 мл воды и 100 г почвы.

#### 2.5. Ход определения.

2.5.1. К 200 мл воды прибавляют 50 мл 5%-го водного раствора сульфата алюминия и препарат экстрагируют трижды по 25 мл гексана. Объединенный гексановый экстракт осушают сульфатом натрия безводным и упаривают на

ротационном испарителе досуха. Прибавляют 0,5 мл гексана и аликвоту хроматографируют.

2.5.2. Почва. 100 г воздушно-сухой почвы растирают в ступке и просеивают через сито. Пробу помещают в коническую колбу на 500 мл с притертой пробкой и экстрагируют препарат на аппарате для встряхивания в течение 3-5 часов 150 мл смеси гексан-ацетон (1:1). Растворитель отфильтровывают, колбу промывают трижды по 30 мл смеси гексан-ацетон (1:1).

Объединенный фильтрат переносят в делительную воронку, добавляют 500 мл воды и собирают верхний гексановый слой. Нижний водный слой дважды экстрагируют по 30 мл гексана. Объединенный гексановый экстракт концентрируют до 20-25 мл на ротационном испарителе и переносят в делительную воронку. Добавляют 5 мл концентрированной серной кислоты и встряхивают в течение 2-3 мин. (не более!). Кислотный слой переносят в другую делительную воронку, содержащую 150 мл воды. Гексановый экстракт еще дважды обрабатывают по 3-4 мл серной кислоты, которую также переносят в воду. Из кислого водного раствора гербицид извлекают 3 раза по 15 мл гексана. Объединенный гексановый экстракт очищают от остатков кислоты промыванием водой (трижды по 40 мл), осушают над безводным сульфатом натрия и упаривают досуха на ротационном испарителе. Сухой остаток растворяют в 0,1-0,2 мл ацетона и количественно наносят на хроматографические пластинки "Силуфол" в полосу длиной 5 см. Рядом для идентификации местоположения модауна наносят 2-3 мкг гербицида. Хроматографируют в системе гексан-ацетон (2:1), устанавливают дислокацию модауна под УФ-лампой и снимают слой сорбента в месте возможного нахождения гербицида. Элюируют с сорбента ацетоном, упаривают ацетон в грушевидной колбе досуха и остаток растворяют в 0,1-1,0 мл гексана. Аликвоту вводят в хроматограф.

#### 2.5.3. Условия хроматографического разделения:

- стеклянная колонка 1м x 3 мм с 5% SE-30 на Хроматоне Супер (0,16-0,20 мм)
  - температура : термостата колонок - 220<sup>0</sup>C  
термостата детекторов - 250<sup>0</sup>C  
испарителя - 250<sup>0</sup>C
  - расход газа-носителя (argon ОСЧ) - 60 мл/мин через колонку и 150 мл/мин на поддувку
  - рабочая шкала ИМТ-05 - 10 x 10<sup>-12</sup> А
  - линейный динамический диапазон 0,5 - 100 нг
  - время удерживания - 7,2 мин.
- 2.6. Обработка результатов анализа.

Содержание гербицида вычисляется по формуле:

$$X = \frac{H \cdot V}{K \cdot V_a \cdot P} , \text{ где}$$

- Х - содержание гербицида, мг/кг или мг/л;  
H - высота пика, мм;  
K - калибровочный коэффициент, мм/нг;  
V - объем анализируемой пробы, мл;  
 $V_a$  - объем вводимый в хроматограф, мкл;  
P - навеска, г или мл.

### 3. Требования безопасности

Необходимо соблюдать правила работы с токсическими соединениями II-го класса токсичности (гербициды), ЛВЖ (органические растворители), сжатыми газами (аргон под давлением).

### 4. Разработчики:

Настоящие методические указания подготовлены И.Ш. Кофманом и М.Я. Авиновицкой, Институт физиологии растений АН УССР, г. Киев  
Методические указания апробированы в институтах ВНИИГИМОК (т. Гиренко Д.Б.) и ВНИИЭМК (т. Баранов Ю.С.).

## 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) 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 триадимина- фона (байлетона) методом ТСХ в воде		
22 мая 1985 г. № 3892-85		184
29. Методические указания по определению фенмедифамина и десмединамина в воде природных водоемов ТСХ		
21 ноября 1985 г. № 4036-85		189
<u>Прочие пестициды</u>		
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 (ГДИН) в воде, почве, растительном матерiale 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