

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 СРЕДОВИША

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 Государственного  
санитарного врача СССР

А.И. ЗАЙЧЕНКО

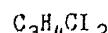
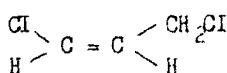
"22" мая 1985 г.

№3876-85

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ  
ОПРЕДЕЛЕНИЮ ДД В ВОДЕ

1. Краткая характеристика препарата

ДД - цис-, транс-1,3-дихлорпропен. Как примесь может присутствовать 1,2-дихлорпропан



Мол. масса 110,98  
Т кип., 106-109°C

Легковоспламеняющаяся жидкость, темного цвета с резким запахом.  
Выпускается с 50% содержанием действующего вещества.

2. Характеристика метода

2.1. Определение основано на хроматографировании ДД на неподвижной фазе Карбовакс 20 М с использованием детектора постоянной скорости рекомбинации (ДПР).

2.2. Метрологическая характеристика метода

Среднее обнаружение ДД - 87,6 $\pm$ 4,5%

2.3. Реактивы, растворы, приборы

2.3.1. Реактивы, растворы

Диэтиловый эфир, ГОСТ 3262-79

Хлорид натрия, ГОСТ 4233-81

Сульфат натрия, ч., ГОСТ 4166-81, безводный

Носитель для колонки - Хроматон N-AW(0,16-0,20 мм)

Неподвижная фаза - 15% Карбовакс 20 М (Хемапол, ЧССР)

Азот особой чистоты, ГОСТ 9293-74

Стандартный раствор ДД с концентрацией 5 мкг/мл по действующему веществу. Хранят в холодильнике не более 2-х недель

2.3.2. Приборы и посуда

Хроматограф, снабженный детектором постоянной скорости рекомбинации (ДПР) (Цвет, Газохром, ЛХМ-80Д или др.).

Колбы конические на шлифе ГОСТ 10394-72

Шиляндры мерные, ГОСТ 1770-74

Воронки делительные, емк. 1000 см<sup>3</sup>, ГОСТ 1770-74

Колонка стеклянная длина 1 м, диаметр 3 мм

Микроприц, МИ 10 М, ТУ 2-833-106

Секундомер

2.4. Подготовка проб к анализу

Отбор проб производится в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб", утвержденными Заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР №2051-79 от 21.08.79.

Препарат высоколетуч. Отобранные пробы хранят в колбах с плотно закрытыми крышками только в холодильнике. Анализы необходимо выполнять в течение 1-2 дней после отбора.

2.5. Ход анализа

2.5.1. 500 мл воды помещают в делительную воронку, приливают 30-40 мл диэтилового эфира и 5 г хлорида натрия. Хорошо перемешивают, встряхивают. Дают разделиться слоям. Отделяют слой эфира, сушат 10 г безводного сульфата натрия. Замеряют объем эфира и аликовотную часть вводят в хроматограф.

2.5.2. Определение ДД методом ГЖХ

Хроматограф, снабженный детектором постоянной скорости рекомбинации. Длина колонки 1 м, диаметр 3 мм

Твердый носитель - Хроматон N-AW (0,16-0,20 мм)

Жидкая фаза - 15% Карбовакс 20 М

Температура колонки - 80°C

Температура испарителя - 150°C

Температура детектора - 210°C

Скорость газа-носителя (азот) - 50 см<sup>3</sup>/мин

Вводимый объем - 3 мкл

Шкала 2.10<sup>-12</sup>а

Скорость движения диаграммной ленты - 240 мм/час

Линейный диапазон детектирования 0,5-5 аГ

Время удерживания: цис-1,3-дихлорпропен-1,1 мин; транс-1,3-дихлорпропен - 1,9 мин. (Если присутствует в виде примеси 1,2-

дихлорпропан, относительное время удерживания его 0,7 по отношению к цис-1,3 дихлорпропену).

#### 1.6. Количественное определение

Количественное определение препарата проводят по методу абсолютной калибровки. Концентрацию препарата (X) в пробе в мг/л вычисляют по формуле:

$$X = \frac{A \cdot Y_I \cdot H_{\text{пр.}}}{H_{\text{ст.}} \cdot Y \cdot P}, \text{ где}$$

A - количество препарата во введенном в хроматограф стандартном растворе, мкг;

$H_{\text{ст.}}$  - высота пика стандартного раствора препарата, вводимого в хроматограф, мм;

$H_{\text{пр.}}$  - высота пика препарата в исследуемом растворе пробы, мм;

$Y_I$  - общий объем пробы,  $\text{мл}^3$ ;

$Y$  - объем экстракта, введенный в хроматограф, мл;

P - навеска пробы, мл.

Найденное содержание цис-, транс-изомеров 1,3-дихлорпропена и 1,2-дихлорпропана (если он обнаружен) суммируют. Эта величина соответствует количеству ДД в пробе.

#### 3. Требования безопасности

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

#### 4. Разработчики:

Клисенко М.А., Гиренко Л.Б. (ВНИИГИТОКС, Киев).

## 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</u> -изомера ГХГ, <u>γ</u> -изомера ГХГ, 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 <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 <u>320-К</u> 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 ромуница 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