

ГОСКОМИССИЯ ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ,  
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ ПРИ МИНСЕЛЬХОЗЕ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ  
В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

ЧАСТЬ XIV-я

Москва - 1984

Настоящие методические указания предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и научно-исследовательских учреждений Минздрава СССР, а также ветеринарных, агрохимических, контрольно-токсикологических лабораторий Минсельхоза 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 при МСХ СССР.

Методические указания согласованы и одобрены отделом перспективного планирования санэпидслужбы ИМПитМ им. Марциновского Е.И. и лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

#### РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ :

Л.Г. Александрова, Д.В. Гиренко, А.А. Калинина (секретарь),  
М.А. Клисенко (председатель), Г.И. Короткова, Г.А. Хохоль-  
кова ( зам. председателя), В.Е. Кривенчук.

## "УТВЕРЖДАЮ"

Заместитель Главного Государственного санитарного врача СССР

А.И. ЗАЙЧЕНКО

" 12 " Мая 1988 г.

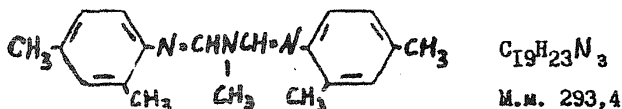
№ 2809-83

## ВРЕМЕННЫЕ

## МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по хроматографическому и газохроматографическому измерению концентраций митака в воздухе рабочей зоны

зоны



Митак (синоним — амитрац, действующее начало — I.3 — ди (2,4-ксилилиминс) - 2 - метил - 2 - азопропан) — белое кристаллическое вещество, Т.пл. 86-87°C. Растворимость в воде: 1 мг/л, в ацетоне и толуоле: 300 г/л. С кислотами дает соли, сильные кислоты быстро разрушают митак. Выпускается в виде м.э., содержащего 200 г/л действующего вещества, и 125 г/л для применения на животных.

Агрегатное состояние в воздухе — пары и аэрозоль.

## I. Характеристика метода

I. Определение основано на: 1) хроматографировании митака в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зон локализации препарата путем обработки смесью растворов иодистого калия с водорастворимым крахмалом; 2) газожидкостной хроматографии с использованием прибора с термометрическим детектором.

2. Отбор проб проводится с концентрированием  
(фильтр АФА-ВП-20, этанол)
3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы: - 1 мкг (ТСХ);  
4 нг (ГЖХ).
4. Предел измерения в воздухе: - 0,25 мг/м<sup>3</sup> (при отборе 4 л  
воздуха).
5. Диапазон измеряемых концентраций: - 0,25-7,5 мг/м<sup>3</sup> (ТСХ);  
0,25-25,0 мг/м<sup>3</sup> (ГЖХ).
6. Определению не мешают: фозалон, рогор, антио, базудин  
(ТСХ и ГЖХ), толуин (ТСХ).
7. Граница суммарной погрешности измерения: ± 19,5% (ТСХ),  
± 15,5% (ГЖХ).
8. Ориентировочно безопасный уровень воздействия митака в  
воздухе рабочей зоны 0,5 мг/м<sup>3</sup> (рекомендуемый).

## II. Реактивы, растворы, материалы

Митака, х.ч.

Ацетон, х.ч., ГОСТ 2603-79

Этанол, ч., ГОСТ 18300-72

Фильтры АФА-ВП-20

Стандартный раствор митака в ацетоне концентрации 100 мкг/мл.

Устойчив в течение месяца при условиях хранения на холоде в плотно закрытой колбе.

К методу ТСХ.

Гексан, ч., ТУ 6-09-3375-78

Калий иодистый, х.ч., ГОСТ 4232-74

Бензол, х.ч., ГОСТ 5955-75

Крахмал водорастворимый, ч., ГОСТ 10163-76

Калий марганцовокислый, х.ч., ГОСТ 20490-75

Кислота соляная, концентрированная, х.ч., ГОСТ 3118-77

Подвижная фаза: 1) гексан-ацетон (9:1)

2) бензол-этанол (5:1)

Проявляющий реактив: 50 мл 1% раствора иодистого калия смешивают с 50 мл 3% свежеприготовленного раствора водорастворимого крахмала. К полученной смеси добавляют 20 мл этанола. Раствор хранят на холоде в течение двух недель.

К методу ГХХ.

Носитель для газовой хроматографии-хроматон N-AW -ДМС  
размером 0,12-0,16 мм

Жидкая фаза 5% SE-30.

### Ш. Приборы и посуда

Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-77

Фильтродержатели

Поглотительные приборы с пористой пластинкой

Ротационный испаритель ИР-1М, ТУ 25-11-917-76

Посуда стеклянная, ГОСТ 1770-74

Щипетки различной емкости, ГОСТ 20292-74

К методу ТСХ.

Хроматографическая камера, ГОСТ 10565-75

Пулверизаторы стеклянные, ГОСТ 10391-74

Камера для опрыскивания

Пластинки для хроматографии "Силуфол" (ЧССР), 150 x 150 мм

Камера с газообразным хлором (На дно эксикатора помещается

10–15 г  $KMnO_4$  и немного соляной концентрированной кислоты. Экзикатор плотно закрывается притертой крышкой для накопления хлора).

К методу ГХХ.

Газовый хроматограф с ТИД

Микрошприц МШ-10

Хроматографическая колонка, стеклянная, длин-ой 0,5–1 м и внутренним диаметром 3 мм.

IV Условия отбора проб воздуха

Исследуемый воздух со скоростью 1 л/мин аспирируют через последовательно соединенные: фильтродержатель с фильтром АФА-ВН-20 и поглотительный прибор с 5 мл этанола. Для определения I/2 ОБУВ достаточно отобрать 4 л воздуха.

V. Условия анализа

Фильтр переносят в стакан и экстрагируют фильтр 10 мл этанола в течение 15 мин. Раствор пробы с фильтра объединяют с содержащим поглотительного прибора и отгоняют растворитель на ротационном испарителе до объема 0,2–0,3 мл при анализе методом ТСХ и до объема 1 мл при анализе методом ГХХ.

Условия анализа методом ТСХ.

Раствор пробы количественно наносят на хроматографическую пластинку. Рядом наносят стандартный раствор содержащий 1, 5, 10, 30 мкг препарата. Пластинку хроматографируют в системе гексан-ацетон (9:1) или бензол-этанол (5:1). После подъема фронта растворителя на высоту 10 см пластинку вынимают и высушивают на воздухе. Затем пластинку помещают в камеру с газообразным

хлором и выдерживают ее 30–40 сек, после чего выветривают на воздухе и обрабатывают проявляющим реактивом. Митак проявляется в виде синего пятна на белом фоне.  $R_f$  митака в системе гексан-ацетон (9:1) составляет  $0,75 \pm 0,03$ , в системе бензол-этанол (5:1) –  $0,6 \pm 0,04$ .

Количественное определение митака в анализируемой пробе проводится визуально по интенсивности окрашивания и площади пятен проб и стандартных растворов (не измеряется с помощью миллиметровой бумаги).

#### Условия анализа методом ГХХ.

Хроматографическую колонку заполняют насадкой хроматоном N-AW - ДМС с 5% SE-30. Колонку кондиционируют при температуре  $230^\circ\text{C}$  в течение 24 часов в токе азота 1 л/час при отсоединенном детекторе. Общую подготовку прибора проводят согласно инструкции.

#### Условия хроматографирования.

Длина колонки	- 0,5 м
Диаметр колонки	- 3 мм
Твердый носитель	- Хроматон N-AW - ДМС
Жидкая фаза	- 5% SE-30
Температура колонки	- $230^\circ\text{C}$
Расходы газов; азота - 40 мл/мин; водорода - 15 мл/мин;	
воздуха - 300 мл/мин.	
Скорость диаграммой ленты	- 240 мм/час
Рабочая шкала электрометра	- $5 \cdot 10^{-11}$ А
Объем вводимой пробы	- 4 мкл
Время удерживания	- 7 мин 30 сек

Для количественного определения используют метод абсолютной калибровки со стандартным раствором митака. Серия стандартных растворов с содержанием 1, 5, 10, 20, 40, 60, 80, 100 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора с содержанием 100 мкг/мл митака. 4 мкл каждого разведения вводят в испаритель хроматографа и по хроматограмме измеряют высоту пика митака. На основании полученных данных строят градуировочный график зависимости высоты пика от концентрации вещества в растворе.

4 мкл пробы вводят в хроматограф, измеряют высоту пика. Концентрацию митака в хроматографируемой пробе определяют по графику.

Концентрация митака в воздухе ( $X$ ) в мг/м<sup>3</sup> вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot V_1}{V \cdot V_{20}}, \text{ где:}$$

$C$  — концентрация препарата в хроматографируемой пробе, найденная путем сравнения площади пиков со стандартными растворами (ТСХ) или по градуировочному графику (ГЛХ), мкг

$V_1$  — общий объем пробы, мл

$V$  — объем пробы, взятый для хроматографирования, мл

$V_{20}$  — объем пробы воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

#### VI. Требования безопасности

Соблюдать общие правила по технике безопасности при работе с легко воспламеняющимися, летучими жидкостями, сжатými газами.

#### VII. Разработчики

Н. В. Ахунова, А. Ш. Агзамова, Узбекский НИИ санитарии, гигиены и профзаболеваний, г. Ташкент



## СО Д Е Р Ж А Н И Е

## I. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ:

	стр.
Агелона и ситрина . . . . .	3
Актеллика и примипида . . . . .	8
Алара . . . . .	13
Бензоилпропэтила и этилового эфира N-3,4- дихлор- фенилаланина . . . . .	17
Беномила и БМК . . . . .	22
Бентазона . . . . .	30
Биоресметрина . . . . .	35
Болстара . . . . .	40
Бронокота . . . . .	48
Бутилдиактаса . . . . .	52
Бутокарбоксима . . . . .	59
Гидрела . . . . .	63
ГМК-Na . . . . .	66
Даконила . . . . .	70
Диавинона, эптама, гамма-изомера ГХЦ, феномедифама, ленашила, фосфамида и пиразона . . . . .	77
Дигидрела . . . . .	89
Диквата . . . . .	93
Зоокумарина . . . . .	97
Карбофурана . . . . .	100
Крочетона . . . . .	104
Менида и 3-хлор-4-метиленилина . . . . .	108
Метазина и компонентов гибридной смеси "карагард" . . . . .	113
Мятака . . . . .	118
Офунака . . . . .	124
Пликтрана . . . . .	128
Ратпидана . . . . .	132
Раундана . . . . .	138
Ровраля . . . . .	143
Розалина . . . . .	148
Синтетических пиретроидов (амбуш, депис, рипкорд, сумицидин) . . . . .	154
Стомпа . . . . .	161

	стр.
Сумилекса . . . . .	166
Томиллона . . . . .	173
Триморфамида . . . . .	180
Фекама-трибуфона . . . . .	186
Фталана . . . . .	192
Препарата 242 . . и металилхлорида (МХ) . . . . .	200
Хостаквика . . . . .	206
Эдила . . . . .	210

II. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ  
ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ  
И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

Хлорорганические пестициды

Методические указания по определению остаточных количеств гексахлорана (линдана) в сушеном картофеле полярографическим методом . . . . .	213
--	-----

Фосфорорганические пестициды

Методические указания по определению дифоса (абата) в продуктах животного происхождения методом тонкослойной хроматографии . . . . .	218
--	-----

Методические указания по определению метафоса, фосфамида и хлорофоса в сушеных овощах и плодах (картофель, морковь, петрушка, яблоки, груши, слива) методами тонкослойной и газо-жидкостной хроматографии . . . . .	223
---	-----

Временные методические указания по определению метилнитрофоса, фенилтроексона и п-нитрокрезола в лесной растительности и почве тонкослойной хроматографией . . . . .	241
---	-----

Методические указания по определению трихлорметафоса- З и его метаболитов в биоматериале методом газо- жидкостной хроматографии . . . . .	252
---	-----

## Азотоудержающие пестициды

	стр.
Методические указания по хроматографическому определению бутораббоксима в почве, воде и растительном материале . . . . .	260
Методические указания по определению . . . ИМК-Ма, гидрела, дигидрела методом спектрофотометрии в воде, растительном материале (томаты, блоки, свекла) . . .	267
Временные методические указания по определению лонтрела в воде, почве и растениях методом газо-жидкостной хроматографии . . . . .	275
Временные методические указания по определению паврлана методом газо-жидкостной хроматографии в почве, табаке и в табачном дыме . . . . .	285
Временные методические указания по определению розалина в растительных объектах, воде и почве хромато-спектрофотометрическим методом . . . . .	296
Методические указания по определению трефлана в воде, почве, томатах и капусте методом УФ-спектрофотометрии с использованием тонкослойной хроматографии . . . . .	305
Методические указания по фотометрическому определению эдила в воде, растительном масле, семенах подсолнечника, траве . . . . .	311
Методические указания по определению остаточных количеств пинбеа в сушеных овощах и плодах фотометрическим методом . . . . .	317

## Биопрепараты

Временные методические указания по определению остаточных количеств препарата вириин-диприона на растительных объектах ИФ-методом . . . . .	325
Временные методические указания по определению остаточных количеств биопрепарата вирин-КШ на растительных объектах иммуно-флюоресцентным методом . . .	331