

**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 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

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 ИГиЛТМ им.Маршановского Е.И. и Лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

Л.Г.Александрова, Д.Б.Гиренкс, А.А.Килинина (зам.председателя), М.А.Клисенко (председатель), Г.И.Короткова, М.В.Письменная, Г.А.Хохолькова, В.Е.Кривенчук.

"УТВЕРЖДАЮ"

Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР

А.И.ЗАИЧЕНКО

" 22 " мая 1985 г.

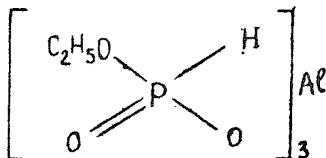
№ 388I-85

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ И ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ
КОНЦЕНТРАЦИИ МИКАЛА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Микал - фунгицид, содержащий 2 действующих вещества:

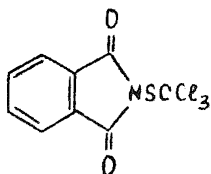
50% фозетила AI и 25% фталана.

В воздухе может находиться в виде аэрозоля.



М.и. 354,0

Фозетил AI - этилфосфит алюминия. Температура плавления 200°C с разложением. Растворимость в воде 120 г/л при 20°C, в метиленгликоле - 80 мг/л.



М.и. 296,56

Фталан - N-трихлорметилтиофталимид. Температура плавления 177°C. Нерастворим в воде, растворим в спирте, ацетоне, бензоле, диэтиловом эфире.

А. Фотометрический метод

І. Характеристика метода

- І. Определение основано на разрушении фожетил АІ до фосфорной кислоты и фотометрическом определении последней по синему фосфорно-молибденовому комплексу.
2. Отбор пробы проводится с концентрированием /фильтр АФА-ХА-20/.
3. Предел измерения 3,8 мкг микала в анализируемом объеме пробы.
4. Предел измерения микала в воздухе $0,25 \text{ мг/м}^3$ /при отборе 76 л воздуха/.
5. Диапазон измеряемых концентраций $0,25 \text{ мг/м}^3 - 2,5 \text{ мг/м}^3$.
6. Граница суммарной погрешности измерений $\pm 10\%$.
7. Определению мешает присутствие других фосфор- и мышьяксодержащих соединений.
8. Рекомендуемая предельно допустимая концентрация микала в воздухе $0,5 \text{ мг/м}^3$.

ІІ. Реактивы, растворы, материалы

Калий, фосфорнокислый, двузамещенный, ГОСТ 2493-75

Основной раствор, содержащий 100 мкг/мл фосфора, готовят растворением 0,056 г гидрофосфата калия в дистиллированной воде, в мерной колбе емкостью 100 мл.

Стандартный раствор №2, содержащий 10 мкг/мл фосфора, готовят разбавлением основного раствора в 10 раз дистиллированной водой.

Стандартные растворы устойчивы в течении 1 месяца.

Серная кислота, ГОСТ 4204-77, ч. д. а.

Аммоний молибденовокислый, ГОСТ 3765-78.

18,8 г молибдата аммония вносят в мерную колбу емкостью 250 мл

доливает до половины водой и взбалтывает до полного растворения. Затем постепенно приливает 80 мл 10 % раствора серной кислоты и доводят объём раствора до метки дистиллированной водой.

Аскорбиновая кислота, ГОСТ 4815-76, 1%-ый водный раствор.

Персульфат аммония, ГОСТ 20478-75, 0,25 М раствор.

Мочевина, ГОСТ 6691-77, 0,25М водный раствор.

Дистиллированная вода.

Фильтры АФА-ХА-20.

III. Приборы и посуда

Аспирационное устройство, ТУ 64-Г-86 2-77

Фильтродержатели.

Пробирки стеклянные, колориметрические, ёмкостью 15 мл, ГОСТ 1770-74

Пипетки стеклянные, ёмкостью 0,1; 1,0; 2,5 мл, ГОСТ 20292-74

Химические стаканы ёмкостью 50 мл, мерные колбы ёмкостью 100 мл, 250 мл, ГОСТ 1770-74.

Баня водяная, ТУ 64-Г-2950-76

Спектрофотометр.

IV. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 10 л/мин аспирирует через фильтр АФА-ХА-20.

Для определения 1/2 ПДК достаточно отобрать 76 л воздуха.

Срок хранения отобранных проб 10 дней в хорошо закупоренной таре при комнатной температуре /20°C/.

У. Условия анализа

Фильтр с отобранной пробой помещают в химический стакан ёмкостью 50 мл и обрабатывают 5 мл дистиллированной водой дважды, порциями по 2,5 мл. После каждого промывания жидкость сливают, фильтр отжимают стеклянной палочкой.

Для анализа отбирают 1 или 5 мл пробы в колориметрические пробирки, прибавляют по 2 мл 0,25M раствора персульфата аммония и нагревают на кипящей водяной бане в течение 10 минут. После охлаждения пробирок, к раствору прибавляют по 2 мл 0,25M раствора мочевины и помещают в водяную баню на 5-7 минут. После охлаждения пробирок, к раствору прибавляют по 0,1 мл раствора молибдата аммония, через 10 минут - по 0,1 мл 1%-го раствора аскорбиновой кислоты. Через 60 минут измеряют оптическую плотность растворов в кювете с толщиной слоя 1 см при длине волны 680 нм по отношению к контролю, который готовят одновременно с пробами путём аналогичной обработке чистого фильтра. Содержание фосфора в пробе определяют по предварительно построенному градуировочному графику. Для построения градуировочного графика готовят шкалу стандартов согласно таблице №1. Все пробирки шкалы обрабатывают аналогично пробам, измеряют оптическую плотность по контрольному опыту и строят график. Шкала стандартов устойчива в течение 2-х часов.

Таблица I

Шкала стандартов

Номер стандарта	Стандартный раствор K_2O , мл	Дистиллированная вода, мл	Содержание фосфора, мкг
I	0	5,0	0
2	0,05	4,95	0,5
3	0,1	4,90	1
4	0,2	4,8	2
5	0,4	4,6	4
6	0,6	4,4	6
7	0,8	4,2	8
8	1,0	4,0	10

Концентрация микала в воздухе X /мг/м³ вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G \cdot V_I \cdot K}{y \cdot V_{20}}$$

- где G - количество фосфора, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;
- V_I - общий объем пробы, мл;
- K - коэффициент пересчета фосфора на микал; равный 7,6
- y - объем пробы, взятый для анализа, мл;
- V_{20} - объем воздуха в л, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям.

Б. Метод тонкослойной хроматографии

1. Характеристика метода

1. Определение препарата "микал" основано на идентификации и количественном определении фталана, входящего в его состав, путем хроматографирования в тонком слое силикагеля и последующего обнаружения раствором резорцина.
2. Отбор пробы проводится с концентрированием /фильтр АФА-ХА-20/.
3. Предел измерения 2 мкг микала /0,5 мкг фталана/ в анализируемом объеме пробы.
4. Предел измерения микала в воздухе 0,25 мг/м³ /при отборе 400 л воздуха/.
5. Диапазон измеряемых концентраций 0,25 мг/м³ - 2,5 мг/м³.
6. Граница суммарной погрешности измерения $\pm 15\%$.
7. Определению не мешают другие фунгициды, используемые для тех же целей.
8. Рекомендуемая предельно допустимая концентрация микала в воздухе 0,5 мг/м³.

II. Реактивы, растворы, материалы

Стандартный раствор фталана №1 с содержанием 100 мкг/мл готовят растворением 0,01 г. х.ч. фталана в этиловом спирте в мерной колбе емкостью 100 мл. Стандартный раствор устойчив в течение 1 месяца.

Этиловый спирт, 96%-ный, ТУ 6-09-1710-77

Ацетон перегнанный, ГОСТ 2603-79.

Бензол, ГОСТ 5955-75.

Резорцин, ГОСТ 9945-75, х.ч.

Проявляющий реагент : 15%-ый раствор резорцина в ацетоне. Раствор сохраняется в темной склянке в течение 1 месяца.

Фильтры АФА-ХА-20.

Д. Приборы и посуда

Аспирационное устройство, ТУ 64-I-962-77

Фильтродержатели.

Хромографические пластинки "силуфол" 150x150 мм.

Микрошпипетки, ГОСТ 20292-74, ёмкостью 0,1 мл с оттянутыми концами.

Камера для хроматографирования, ГОСТ 10565-75

Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 10391-74

ИУ. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 20 л/мин аспирирует через фильтр АФА-ХА-20.

Для определения 1/2 ПДК достаточно отобрать 400 л воздуха.

Срок хранения отобранных проб 10 дней в хорошо закупоренной таре при комнатной температуре /20°C/.

У. Условия анализа

Фильтр с отобранной пробой помещают в химический стакан ёмкостью 50 мл и обрабатывают 5 мл этилового спирта дважды, порциями по 2,5 мл и оставляют на 10 минут. После каждого промывания жидкость сливают, фильтр отжимают стеклянной палочкой.

Из общего объёма /5 мл/, для анализа берут раствор в количестве 0,1 мл и осторожно наносят на пластинку "силуфол", диаметр пятен не должен превышать 1 см. На эту же пластинку наносят стандартный раствор №1, в количества 0,005 мл, 0,01 мл, 0,02 мл, 0,03 мл, 0,04 мл...0,1 мл, что соответствует 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0...10 мкг фталана. Пластинку с нанесёнными растворами сушат при комнатной температуре и помеща-

ют в хроматографическую камеру, на дно которой за 20 минут наливают подвижную фазу бензол-ацетон /16:1/. После того, как фронт растворителя поднимется примерно на 10 см, пластинку вынимают из камеры, сушат на воздухе до полного испарения растворителя и опрыскивают 15%-ым раствором резорцина в ацетоне. Пластинку, обработанную проявителем, помещают в сушильный шкаф и выдерживают в течение 10 минут при температуре 110°C. При наличии в пробе фталана на пластинке проявляется желтое пятно, расположенное на одном уровне с уровнем пятен стандартного раствора $R_f = 0,8 \pm 0,01$.

Окраска пятен устойчива в течение 24 часов. Количественное определение производят путём сравнения площади пятен с тем стандартом, площадь которого наиболее близка по величине к площади пробы. Площадь пятен определяют с помощью миллиметровой бумаги или планиметра.

Концентрацию фталана X в $\text{мг}/\text{м}^3$ воздуха вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G \cdot S_{\text{пр}} \cdot Y_1 \cdot K}{Y \cdot S_{\text{ст}} \cdot Y_{20}}$$

где G - количество фталана в стандартном растворе, мкг

$S_{\text{пр}}$ - площадь пятна на хроматограмме пробы, мм^2 ;

Y_1 - общий объём пробы, мл ;

$S_{\text{ст}}$ - площадь пятна на хроматограмме стандарта, мм^2 ;

K - коэффициент пересчёта фталана на микал, равный 4;

Y - хроматографируемый объём пробы, мл ;

Y_{20} - объём воздуха, отобранный для анализа и приведённый 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 гигиены при работе в лабораториях санитарно-эпидемиологических учреждений системы Минздрава СССР (№2455-81 20.10.81г.)

ОГЛАВЛЕНИЕ

стр.

Фосфорорганические пестициды

- | | | | |
|----|---|----------------------------|----|
| I. | Временные методические указания по определению <u>актеллика</u> и <u>базудина</u> в чае с помощью тонкослойной и газожидкостной хроматографии | 22 мая 1985 г. №3888-85 | 3 |
| 2. | Временные методические указания по определению актеллика в биологическом материале хроматографическими 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 | I9 |
| 4. | Методические указания по определению примипида в растительном материале и в почве с помощью тонкослойной и газожидкостной хроматографии | 21 ноября 1985 г. №4028-85 | 24 |
| 5. | Методические указания по определению сульфидифоса в мясе, молоке и кормах методом тонкослойной хроматографии | 3 января 1985 г. №3198-85 | 33 |
| 6. | Методические указания по определению остаточных количеств <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 блазера 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 дилора в меде методом тонкослойной хроматографии
22 мая 1985 г. №3684-85 51
9. Временные методические указания по хроматографическому определению ДЦ в воде
22 мая 1985 г. №3876-85 57
10. Временные методические указания по определению модауна в воде и почве газожидкостной хроматографией
21 ноября 1985 г. №4030-85 60
11. Методические указания по определению тиодана 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 ГЖ и ТСХ аналога ювенильного гормона п-хлорфенилового эфира гераниола в зерне пшеницы, почве, воде и зеленых листьях
12 апреля 1985 г. №3254-85 81

стр.

14. Временные методические указания по определению остаточных количеств физалида в свекле методом газожидкостной хроматографии
22 мая 1985 г. №3875-85 88
15. Временные методические указания по определению регулятора роста растений ЭБЭ-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 (α-изомера ГХЦП, γ-изомера ГХЦП, гептахлора, альдрина, кельтана, ДДЭ, ДДД, ДДТ) в воде хроматографическими методами при совместном присутствии I июля 1986 г. №4120-86 99
- Азотсодержащие пестициды
17. Временные методические указания по определению ацетала в воде, почве, картофеле, зерне и зеленой массе кукурузы и сои методами ГХ и ТСХ
21 ноября 1985 г. №4029-85 II3
18. Методические указания по определению дифенамида в воде в воде методом тонкослойной хроматографии
21 ноября 1985 г. №4033-85 I23
19. Методические указания по определению карахола и его метаболита бензоилпропкислоты в почве методом газожидкостной хроматографии
31 июля 1984 г. №3072-84 I27

стр.

20. Временные методические указания по определению лентаграма в растительной продукции, почве и воде ТСХ
12.04.85 г. №3253-85 I36
21. Методические указания по определению монуро-на и диурона в чае методом газожидкостной хроматографии 3 января 1985 г. №3187-85 I42
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 I48
23. Временные методические указания по определению раундапа в воде методом ТСХ (дополнение к №2434-81)
21 ноября 1985 г. №4034-85 I56
24. Временные методические указания по определению соналена в воде, почве и зеленой массе сои хроматографическими методами
3 января 1985 г. №3200-85 I62
25. Временные методические указания по определению соналена в маслах подсолнечника, репса и клещевины ГЖХ 22 мая 1985 г. №3894-85 I67
26. Временные методические указания по определению стомпа методом ГЖХ в табаке
12 апреля 1985 г. №3252-85 I71
27. Методические указания по определению тилга в растениях, почве, воде методом газожидкост-

- ной хроматографии
3 января 1985 г. № 3190-85 179
28. Методические указания по определению триадимифона (байлетона) методом ТСХ в воде
22 мая 1985 г. № 3892-85 184
29. Методические указания по определению фенмедифама и десмедифама в воде природных водоемов ТСХ
21 ноября 1985 г. № 4036-85 189
- Прочие пестициды
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 (ГЛИН) в воде, почве, растительном материале методом газожидкостной хроматографии
22 мая 1985г. № 3885-85 225

Методические указания по определению пестицидов в воздухе

35. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций ацетала и его продукта II-хлорметил-2-метил-6-этилхлорацетанилида в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4027-85 230
36. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций препаративной формы АКГ-80А-84 в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4025-85 235
37. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций смеси геранилгексаноата и геранилоктаноата в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4024-85 239
38. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентрации геранилизовалерлата 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 дакталя 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 ивина в воздухе рабочей зоны
1 июля 1986 г. №4127-86 275
44. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций ленапила в воздухе рабочей зоны
1 июля 1986 г. №4125-86 279
45. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций динурона в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4020-85 284
46. Временные методические указания по хроматографическому и газохроматографическому измерению концентраций донтрежа в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4016-85 288
47. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций метоксихлора, анизола и хлорала в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4022-85 298
48. Временные методические указания по фотометрическому и хроматографическому измерению концентраций микала 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 ромупида 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 бензоксазолон и 3-оксиметил-6-хлорбензоксазолон 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