

**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"

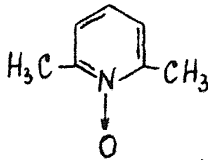
Заместитель Главного Государственного  
санитарного врача СССР

А.И.Заченко

" I " июля 1986 г.

№ 4127-86

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ  
ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ИВИНА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



М.м. 123,14

Ивин (действующее начало 2,6-Диметилпиридина N-оксид) бесцветная жидкость со слабым специфическим запахом, Т.кип. 240°C. Хорошо растворяется в воде, спирте, хлороформе, ацетоне и других органических растворителях. Практически не-летуч. Агрегатное состояние в воздухе - аэрозоль.

### I. Характеристика метода

1. Определение основано на хроматографировании препарата в тонком слое силикагеля, обнаружении зон локализации вещества после ультрафиолетового облучения парами иода с последующей обработкой пластинок 1% раствором крахмала.
2. Отбор проб проводится с концентрированием (бумажный фильтр "Синяя лента").
3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы - 1мкг.
4. Предел измерения в воздухе - 0,04мг/м<sup>3</sup> (при отборе 25литров воздуха).

5. Диапазон измеряемых концентраций - 0,04 - 0,4 мг/м<sup>3</sup>.
6. Определению не мешают: гидрел, дигидрел, хлорхолинхлорид, морфол, алар, глбберелин.
7. Граница суточной погрешности измерения  $\pm 18,32\%$
8. ОБУВ ивина - 1 мг/м<sup>3</sup>.

## II. Реактивы, растворы, материалы

Ивин, х.ч.

Хлороформ, х.ч., ГОСТ 20015-74

Ацетон, ч., ГОСТ 2603-79

Бензол, х.ч., ГОСТ 5955-97

Диэтиловый эфир, х.ч., ГОСТ 6269-79

Уксусная кислота, ГОСТ 1220-72

Натрий сернокислый безводный, ч., ГОСТ 4166-76

Иод кристаллический, ч.д.а., ГОСТ 4139-79

Крахмал, 1%-ный водный раствор, ГОСТ 10163-76

Подвижный растворитель: бензол-уксусная кислота (1:1,5)

Основной стандартный раствор ивина, содержащий 100 мкг/мл действующего вещества, готовят растворением 10 мг препарата в 100 мл хлороформа в мерной колбе с притертой пробкой. Хранят в холодильнике не более 3-х месяцев.

## III. Применяемая посуда и приборы

Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-77

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

Колбы конические емкостью 100 мл, ГОСТ 10394-72

Колбы мерные на 100 мл, ГОСТ 1770-74

Фильтры бумажные обеззоленные "Синяя лента", ТУ 6-09-1039-77

Микропипетки на 0,1 мл, ГОСТ 20292-74

Стакан химический емкостью 100 мл, ГОСТ 10394-72

Цилиндры мерные емкостью 50, 100 мл, ГОСТ 1770-74

Воронки химические, ГОСТ 8613-75

Камера хроматографическая, ГОСТ 10565-75  
Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 10391-74  
Пластинки "Силуфол" (производства ЧССР)  
Ртутно-кварцевая лампа ПРК-4, ТУ 16-536-280-74  
Камера с парами иода (10-20 г кристаллического иода помеща-  
ются на дно герметически закрытой камеры)

#### IV. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 5 л/мин аспирируют через бумажный  
фильтр "синяя лента". Для определения I/2 ОБУВ достаточно  
отобрать 0,5 л воздуха.

#### V. Условия анализа

Фильтр, предварительно промытый смесью ацетон-диэтиловый  
эфир<sup>(1:1)</sup> помещают в коническую колбу и заливают 20 мл хлороформа.  
Экстрагируют ивин из фильтра в течение 30 минут. Экстракцию повто-  
ряют дважды (по 20 мл). Объединяют хлороформный экстракт, сушат  
безводным сульфатом натрия и переносят в колбу для отгонки рас-  
творителя. Упаривают органический растворитель до объема 0,1-  
0,2 мл при температуре бани не выше 60°C. Далее остаток наносят  
количественно на хроматографическую пластинку. Справа и слева  
от пробы наносят стандартные растворы ивина, содержащие 2, 5,  
7 и 10 мкг препарата.

Пластинку помещают в хроматографическую камеру со смесью  
бензол-уксусная кислота (1:1,5). После поднятия фронта подвиж-  
ного растворителя на 10 см, пластинку вынимают из камеры и ос-  
тавляют на воздухе до полного испарения растворителя. Затем  
пластинку подвергают УФ-облучению в течение 10 минут. После  
чего помещают в камеру иода на 5 минут, затем выветривают на  
воздухе и проявляют 1% водным раствором крахмала. Ивин проявля-  
ется в виде синих пятен на белом фоне с величиной  $R_f = 0,58 \pm 0,02$ .

Количество препарата в пробе определяют сравнением интен-  
сивности окраски и площади пятен пробы и стандартного раствора.

Строят градуировочный график зависимости количества препарата в мкг от площади и интенсивности пятна. Прямолинейная зависимость между площадью и интенсивностью пятна и содержанием препарата в пятне соблюдается в интервале 1-10 мкг.

Если содержание препарата в пробе превышает верхнюю границу диапазона (10 мкг), то для нанесения на пластинку необходимо брать аликвотную часть экстракта.

Концентрацию препарата (X) в воздухе в мг/м<sup>3</sup> вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G \cdot V_1}{V_{20} \cdot V}$$

где

G - количество препарата, найденное в хроматографируемом объеме пробы, мкг;

V<sub>1</sub> - общий объем пробы, мл;

V - хроматографируемый объем пробы, мл;

V<sub>20</sub> - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

#### У1. Требования безопасности

Соблюдать все необходимые требования безопасности при работе в химических лабораториях, а также правила устройства, техники безопасности, производственной санитарии, противозидемического режима и личной гигиены при работе в лабораториях санитарно-эпидемиологических учреждений системы Минздрава СССР ( № 2455-81 , 20.10.81 г. ).

#### УП. Разработчики

Джагацпаян С.А., Бумянц Ю.А. (Филиал ВНИИТИНТОКСа, г. Ереван)

## 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 лентаграна 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 тилта 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 арилонэ 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 хлораля в воздухе рабочей зоны  
21 ноября 1985 г. №4022-85 298
48. Временные методические указания по фотометрическому и хроматографическому измерению концентраций милкала 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 ромулида 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 лецитина на обработанных им растениях иммунофлюоресцентным методом  
22 мая 1985 г. № 3891—85 355