

**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.Зайченко

"21" ноября 1985 г.

Reg.№ 4030-85

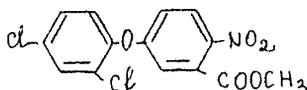
ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МОДАУНА
В ВОДЕ И ПОЧВЕ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИЕЙ

I. Краткая характеристика препарата

I.1. Модаун, бифенокс

I.1.1. 2-нитро-5-(2,4-дихлофенокси)бензойной кислоты метило-
вый эфир

I.2. Структурная формула



Мол.масса 342,1

I.3. Желтое кристаллическое вещество, т.пл. 84-86°С. Раствори-
мость в воде 0,35 мг/л, в ацетоне 400 г/кг, в ксилоле 30%, хлор-
бензоле 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.

ЛД₅₀^{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 органи-
ческими растворителями. Почвенные экстракты очищаются от коэкст-
ративных веществ перераспределением с концентрированной серной
кислотой и хроматографированием в тонком слое силикагеля. Количест-
венное 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, R, % 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 1,84, ГОСТ 4204-76;
Натрий серноокислый безводный, ч., ГОСТ 4166-76;
Алюминий серноокислый, 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; Пластинки "Силуфол УВ 254";

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

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

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

Микрошприцы МЛ-10М, ТУ 2.833.106;

2.4. Подготовка к определению

Органические растворители необходимо перегнать, сульфат натрия безводный прокалить при температуре 300°C.

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 № 205а-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 м)
- температура : термостата колонок - 220°C
термостата детекторов - 250°C
испарителя - 250°C
- расход газа-носителя (аргон ОСЧ) - 60 мл/мин через колонку и 150 мл/мин на поддувку
- рабочая шкала ИМТ-05 - 10 x 10⁻¹² А
- линейный динамический диапазон 0,5 - 100 нг
- время удерживания - 7,2 мин.

2.6. Обработка результатов анализа.

Содержание гербицида вычисляется по формуле:

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

X - 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 П-го класса токсичности (гербициды), ЛВЖ (органические растворители), сжатыми газами (аргон под давлением).

4. Разработчики:

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

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 монурона 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 хлораля 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

