

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

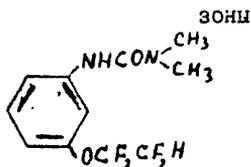
" 12 " мая 1988 г.

№ 2780-83

## ВРЕМЯНИЕ

## МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по хроматографическому и газохроматографическому  
измерению концентраций томиллона в воздухе рабочей



М.м. 280,0

Томиллон (синоним-тетрафлурон, действующее начало - *N,N*-диметил - *N'*- (3-тетрафторэтоксифенил) мочевины) - белое кристаллическое вещество, Т.пл. 115-117°C. Растворимость в воде 225 мг/л при 25°C. Хорошо растворим в большинстве органических растворителей. Выпускается в виде 65% смачивающегося порошка.

Агрегатное состояние в воздухе - аэрозоль.

## I. Характеристика метода

I. Определение основано на: 1) хроматографировании томиллона в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зоны локализации прецарата путем обработки: а) смесью бромфенолового синего с азотной кислотой с серебром. б) при нагревании пластинки при температуре 160-170°C; 2) газожидкостной хроматографии с примене-

нием детектора захвата электронов.

2. Отбор проб проводится с концентрированием (фильтр "синяя лента").

3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы - 0,5 мкг (ТСХ), 0,5 нг (ГХХ).

4. Предел измерения в воздухе: - 0,25 мг/м<sup>3</sup> /при отборе 2 л воздуха (анализ методом ТСХ), 0,5 л воздуха (анализ методом ГХХ)/.

5. Диапазон измеряемых концентраций - 0,25-5 мг/м<sup>3</sup> (ТСХ); 0,25-1,0 мг/м<sup>3</sup> (ГХХ).

6. Определению методом ТСХ не мешают изомеры ГХЦГ, рогор, базудин, антио и фозалон. Определению методом ГХХ не мешают: изомеры ГХЦГ, ДДГ, гептахлор, базудин и толуин.

7. Граница суммарной погрешности измерения  $\pm$  14,8% (ГХХ),  $\pm$  17,2% (ТСХ).

8. Ориентировочно-безопасный уровень воздействия томилона в воздухе рабочей зоны - 0,5 мг/м<sup>3</sup> (рекомендуемый).

#### II. Реактивы, растворы и материалы

Томилон, х.ч.

Этилацетат, х.ч., ГОСТ 22300-76.

Фильтр "синяя лента", ТУ 6-09-1676-77

Стандартный раствор № I томилона в этилацетате концентрации 100 мкг/мл. Устойчив в течении месяца, при условии хранения в холодильнике, в плотно закрытой колбе.

К методу ТСХ.

Гексан, ч., ТУ 6-09-3375-78

Эфир для наркоза (Фармакопел).

Четыреххлористый углерод, ч., ГОСТ 20288-74

Бромфеноловый синий, ч.д.а., ТУ 6-09-1058-76

Ацетон, х.ч., ГОСТ 2003-79

Серебро азотнокислое, ч.д.а., ГОСТ 1277-75

Подвижная фаза: 1) гексан-эфир (1:4), 2) четыреххлористый углерод-эфир (1:4).

Проявляющий реактив: 50 мг бромфенолового синего растворяют в 10 мл ацетона и доводят до 100 мл 1% водно-ацетоновым раствором азотнокислого серебра (ацетон-вода - 3:1). Раствор устойчив 2 суток.

К методу ГЛХ.

Носитель для газовой хроматографии - Хроматон N - AW ДМС' размером 0,16-0,2 мм

Бидкая фаза  $\pm 5\%$  S E-30.

Стандартные растворы № 2, 3 томилаона в этилацетате концентрации 10 и 1,0 мг/мл. Готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № 1.

Ш. Приборы и посуда.

Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-77

Фильтродержатели

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

Баня водяная, ТУ 64-1-2850-76

Пипетки, ГОСТ 20292-74, на 1, 2, 5 и 10 мл

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74

Посуда лабораторная стеклянная, ГОСТ 1770-74

К методу ТСХ.

Хроматографические камеры, ГОСТ 10565-75  
Капилляры стеклянные диаметром 0,2; 0,5 и 1 мм  
Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 10391-74  
Колбы круглодонные для отгонки растворителей  
Пластинки для хроматографии "Силуфол" (ЧССР) размером 150 x 150 мм.

К методу ГЭХ

### Ш. Приборы и посуда

Газовый хроматограф с детектором по захвату электронов (ДЭЗ)  
Микрошприц МШ-10  
Хроматографическая колонка, стеклянная, длиной 1 м и внутренним диаметром 3,5 мм

### У. Условия отбора проб воздуха

Исследуемый воздух со скоростью 1 л/мин аспирируют через фильтр "синяя лента", укрепленный в фильтродержателе. Для определения 1/2 ОБУВ достаточно отобрать 2 литра воздуха (при анализе методом ТСХ) или 0,5 л воздуха (при анализе методом ГЭХ);  
Срок хранения проб - 15 дней.

### У. Условия анализа

Фильтр переносят в стакан и трижды промывают этилацетатом по 10 мл, при помешивании стеклянной палочкой. Растворитель сливают в колбу для отгонки растворителей, концентрируют пробу до объема 0,2-0,3 мл (при анализе методом ТСХ) или до объема 1 мл (при анализе методом ГЭХ).

### Условия анализа методом ТСХ.

Пробу при помощи капилляров количественно наносят на хроматографическую пластинку, так чтобы размер пятна не превышал 0,5

см (по диаметру). Параллельно с пробой справа и слева наносят стандарты томила, содержащие 0,5; 3,0; 5,0; 10 мкг препарата.

Пластинку помещают в камеру для хроматографирования (в которую предварительно, за 15 мин, наливают подвижную фазу) таким образом, чтобы край пластинки погружался в растворитель не более чем на 0,5 см. После поднятия подвижной фазы на высоту 10 см пластинку вынимают из камеры и оставляют на воздухе до полного испарения растворителей.

Условия хроматографирования и проявления томила могут быть следующими:

- а) подвижная фаза (гексан:эфир - 1:4).  $R_f = 0,25 \pm 0,03$
- б) подвижная фаза (четырёххлористый углерод:эфир - 1:4)  $R_f = 0,6 \pm 0,05$ .

При обработке бромфеноловым реактивом после нагревания при температуре 100°C препарат проявляется на пластинке в виде черных пятен на сиреновом фоне. При 20 минутном воздействии температуры 170-160°C - в виде коричневых пятен на элом фоне.

Количественное определение томила в анализируемой пробе проводится визуально по интенсивности окрашивания и площади пятен стандартных растворов и проб.

Условия анализа методом ГЖХ.

Хроматографическую колонку с помощью вакуума заполняют готовой насадкой *N-AW-DMCS+5% SE-30*. Колонку кондиционируют при температуре 160°C в течение 10 часов в токе азота со скоростью 1 л/час при отсоединенном детекторе. Общую подготовку прибора проводят согласно инструкции.

Условия хроматографирования

Длина колонки

1 м

Диаметр колонки	- 3,5 мм
Твердый носитель	- Хроматон N-AW - ДМС
Жидкая фаза	- 5% SE - 30
Температура колонки	- 130°
Температура испарителя	- 150°C
Температура детектора	- 230°C
Скорость газа-носителя, азот ОСЧ	- 3 л/час
Скорость диаграммной ленты	- 0,6 см/мин
Объем вводимой пробы	- 4 мкл
Абсолютное время удерживания	- 2 мин 3 сек

Количественное определение проводят по соотношению: площадь пика-концентрация стандарта и пробы.

Содержание томила в воздуха (X) в мг/м<sup>3</sup> вычисляют по формулам.

$$\text{для ТСХ} - X = \frac{y}{V_{20}}$$

$$\text{для ГЛХ} - X = \frac{y_{cf} S_{np} \cdot V_i}{S_{cf} V \cdot V_{20}}, \text{ где:}$$

$y$  - количество препарата, найденное в хроматографируемом объеме пробы, мкг;

$V_i$  - общий объем пробы, мл;

$V$  - объем пробы, взятый для хроматографирования, мл;

$y_{cf}$  - количество препарата в стандарте введенном в хроматограф, мкг;

$S_{np}$  - площадь пика анализируемой пробы, мм<sup>2</sup>;

$S_{cf}$  - площадь пика стандартной пробы, мм<sup>2</sup>;

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

#### У. Требования безопасности.

Соблюдаются общие правила по технике безопасности, необходимые при работе с химическими реактивами и пестицидами.

#### УІІ. Разработчики.

Чепкунов А.Б., Шаринов И.М.

Узбекский научно-исследовательский институт санитарии, гигиены и профзаболеваний.

## 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
Бутилдиэптакса . . . . .	52
Бутокарбоксива . . . . .	59
Гидрела . . . . .	63
ГМК-Na . . . . .	66
Даконила . . . . .	70
Диавинона, эптама, гамма-изомера ГХЦ, феномедидифама, ленапила, 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 вириин-КШ на растительных объектах иммуно-флюоресцентным методом . . .	331