

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

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИ-  
ЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШ-  
НЕЙ СРЕДЕ

ЧАСТЬ XII-я

Москва - 1983

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ  
ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ,  
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ ПРИ МСХ СССР

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

ЧАСТЬ XIII

Данные методики апробированы и рекомендованы  
в качестве официальных группой экспертов при  
Госкомиссии по химическим средствам борьбы с  
вредителями, болезнями растений и сорняками  
при МСХ СССР

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 био-препаратов 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. (Председатель группы экспертов - М. А. Клисенко).

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

"Утверждаю"

Заместитель Главного Государственного  
санитарного врача СССР

А. И. Заиченко

"22" октября 1981 г.  
№ 2469-31

Методические указания по определению в зерне и продуктах его переработки фосфорорганических пестицидов, применяемых для обеззараживания зерна и зернохранилищ, хроматографическими методами

### 1. характеристика анализируемых пестицидов.

Характеристика фосфорорганических пестицидов (ФОП), применяемых для обеззараживания зерна и зернохранилищ, и гигиенические регламенты приведены в таблице 1.1.

2. Методика определения в зерне и продуктах его переработки фосфорорганических пестицидов, применяемых для обеззараживания зерна и зернохранилищ, хроматографическими методами.

#### 2.1. Основные положения.

##### 2.1.1. Принцип метода.

В основу методики положен систематический ход анализа ФОП (карбофоса, хлорофоса, ДДФФ, метилхлорофоса) в зерне и зернопродуктах хроматографическими методами после экстракции пестицидов из проб ацетоном.

Систематический ход анализа складывается из нескольких этапов: а/определение пестицидов в экстракте, без его очистки, хромато-энзимным методом с использованием единой подвижной фазы - хлороформа (исключение для хлорофоса) - и различных условий активации соединений на пластинках, приведенных в таблице 2.1.1.; б/подтверждение предварительно установленного пестицида методом газожидкостной (ГЖХ) или тонкослойной (ТСХ) хроматографии с применением условий хроматографирования, специфических для этого соединения.

Схема проведения систематического хода анализа приведена на рис. 2.1.1. Проведение систематического хода анализа позволяет надежно идентифицировать ФОП, рекомендуемые в настоящее время для обеззараживания зерна и зернохранилищ, если эти пестициды в смеси или соли анализируют не сразу, а после предварительной обработки образцов.

Таблица I.I.

Характеристика анализируемых пестицидов

№	Пестицид	Структурная формула	Мол. масса	T пл:	T кип:	Растворимость:		ЛД <sub>50</sub> для крыс	10%, мг/кг	
				°C	°C	в воде	в орг. растъ.		зерно:мука	хлеб
1.	Карбофос	<chem>(CH3O)2P(S)C(=O)OCC</chem>	330,4	2,3 - 3,7	156 (0,7)	0,015	ал., сп. ДХЭ, мет	1375	3,0	1,0
2.	Фоксин	<chem>(C2H5O)2P(=O)OC(=O)C6H5</chem>	298,3	3- 4	102 (0,01)	т.р.	хлф., ал., сп.	1900-2060	0,6 <sup>х/</sup>	
3.	Хлорофос	<chem>(CH3O)2P(=O)(OH)C(=O)Cl</chem>	257,4	83 - 84	120 (0,4)	15,4	бэл. ал., хлф.	630	-	
4.	ДЭФФ	<chem>(CH3O)2P(=O)C(=O)Cl</chem>	220,9	-	120 (0,14)	I	ал., бэл. ДХЭ, мет.	60	0,3	Не допуска-ется
5.	Метилнитрофос (МНФ)	<chem>(CH3O)2P(=O)OC1=CC=C(C)C=C1[N+](=O)[O-]</chem>	277,2	-	164 (1,0)	т.р.	ал., бэл. хлф. сп.	242-433	I <sup>х/</sup>	0,3 <sup>х/</sup> 0,1 <sup>х/</sup>
Метаболиты МНФ:										
6.	Фенилнитрооксон	<chem>(CH3O)2P(=O)OC1=CC=C(C)C=C1[N+](=O)[O-]</chem>	261,2				ал., сп.			
7.	p-Нитрокрезол	<chem>Oc1ccc(cc1[N+](=O)[O-])C</chem>	153,1	129	-	т.р.	ал. сп.			

<sup>х/</sup>Приведены ДСК, рекомендованные к утверждению.

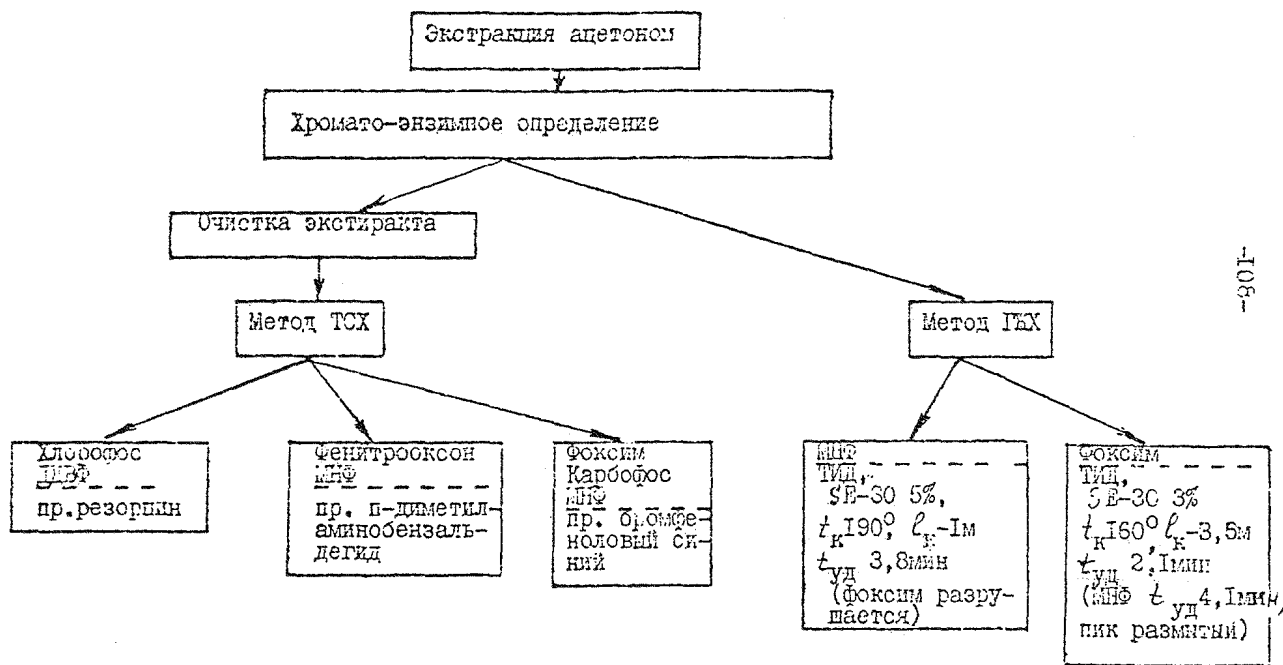
Таблица 2.1.1.

Способы активации и величины  $R_f$  исследуемых ФФП

Пестицид	Способ активации	x/Нижний предел обнаружения: мкг	xx/	$R_f$ в бинарной ПФ	
				в хлороформе	$R_f$
Хлорофос	активация аммиаком (1)	0,01	0,0	н-гексан:ацетон 1:1	0,34
ДЭФ	без активации (2)	0,01	0,10	н-гексан:ацетон 1:1	0,56
Фенитрооксон	"-	0,001	0,72	н-гексан:ацетон 4:1	0,24
Карбофос	активация бромом (3)	0,001	0,46	-	-
Метилнитрофос	"-	0,001	0,91	н-гексан:ацетон 4:1	0,41
Фоксйм	"-	0,001	0,85	н-гексан:ацетон 9:1	0,43

x/ в скобках указан порядковый номер активации, упоминаемый при дальнейших объяснениях хода анализа.

xx/ в качестве проявляющего реагента использован раствор индоксил-ацетата



("пр." -приведен реагент для обнаружения)

Рис.2.1.1. Схема систематического хода анализа ФОП, применяемых для обеззараживания зерна и зернохранилищ.

### 2.1.2. Метрологическая характеристика хромато-энзимного и газохроматографического методов.

Диапазон определяемых концентраций 0,001 - 10 мкг

Предел обнаружения 0,001 мкг (0,02 мг/кг)

Размах варьирования 75 - 105%

Среднее значение определения стандартных количеств исследуемых пестицидов (хромато-энзимным методом) - 87%, (методом ТСХ) - 81%

Доверительный интервал среднего при  $p=0,95$  и  $n=5$  (для хромато-энзимного метода)  $87 \pm 12\%$ , (для метода ТСХ)  $81 \pm 5\%$ .

2.1.3. При предварительной идентификации хромато-энзимным методом определению карбофоса, фоксима и метилнитрофоса могут мешать P = S фосфорорганические пестициды, имеющие близкие к ним значения  $R_f$  - фозалон, цидиал, фталофос, фенкалтон, метафос. Однако последние не применяются для обеззараживания зерна и зернохранилищ.

### 2.2 Реактивы и растворы

Основные стандартные растворы пестицидов (А) - карбофос, хлорофос, ДДВФ, фоксима, метилнитрофоса, фенитрооксона - в ацетоне, содержащие действующего вещества 100 мкг/мл

Рабочие стандартные растворы готовят разбавлением основного раствора "А":

Раствор "Б" - 0,5 мл раствора "А" доводят в мерной колбе до 100 мл ацетоном (содержание пестицида 0,5 мкг/мл)

Раствор "В" - 5 мл раствора "Б" доводят в мерной колбе до 25 мл (содержание пестицида 0,1 мкг/мл).

#### 2.2.1. Для экстракции

Ацетон х.ч. ГОСТ 2603-79

n-Гексан хч ТУ 6-09-3375-78

Диэтиловый эфир (для наркоза) Госфармакопоя СССР

Натрий сернокислый безводный ГОСТ 4166-76

Хлороформ хч ГОСТ 20015-74

Спирт этиловый, 96%, ТУ 6-09-17-10-77

Фильтры бумажные (красная лента)

#### 2.2.2. Для хромато-энзимного определения (ТСХЭ)

Силикагель КСК, раздробленный и просеянный через сито 100 меш  
Кальций сернокислый ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) ГОСТ 3210-77, прокаленный в течение 6 часов при 160°C.

Бром ч. ГОСТ 4109-74

Индоксилантат чда ТУ 6-09-07-1156-78 или фирмы *Schering* (Чехословакия)



Калий железосинеродистый хч  $K_2Fe(SO_4)_2$  ГОСТ 4206-75 - 0,05 М водный раствор (1,645 г растворяют в 100 мл воды)

Калий железистосинеродистый  $K_4Fe(SO_4)_3 \cdot 3H_2O$  хч, ГОСТ 4207-65 - 0,05 М водный раствор (2,110 г растворяют в 100 мл воды).

Ортофосфорная кислота хч ГОСТ 6552-60

Борная кислота хч ГОСТ 9656 -75

Уксусная кислота, ледяная хч ГОСТ 18290-72

Едкий натр хч ГОСТ 4328-77

Буферный раствор pH = 8,69: готовят раствор смеси ортофосфорной (2,1 мл), уксусной (2,3 мл), борной (2,47 г) кислот и доводят дистиллированной водой до 1 л. Для получения буферной смеси с pH = 8,69 к 100 мл указанного раствора прибавляют 65 мл 0,2 Н раствора едкого натра.

Ферментный препарат получают из печени крупного рогатого скота (свежую печень, однократно замороженную и сохраняемую в дальнейшем в холодильнике, можно использовать в течение 6 месяцев). Для приготовления ферментного раствора 1 г печени растирают в ступке с 9 мл буферного раствора и фильтруют через вату. К 1 мл полученной сыворотки прибавляют 4 мл буферного раствора и используют этот раствор для опрыскивания пластинок. Используют свежеприготовленный раствор.

Промышленный реагент: 10 мг индоксилата натрия растворяют в 6 мл этанола, прибавляют 6 мл дистиллированной воды, 1 мл раствора железосинеродистого и 1 мл железистосинеродистого калия и хорошо перемешивают. Раствор готовят непосредственно перед опрыскиванием. На одну пластинку расходуется 3-4 мл смеси.

### 2.2.3 Для хроматографии в тонком слое (ТСХ)

Силикагель КСК, раздробленный и просеянный через сито 100 меш

Кальций сернистый, подготовленный как показано в п.2.2.2.

Крахмал водорастворимый ГОСТ 10163-76

Серебро азотнокислое чда ГОСТ 1277-75

Бромфеноловый синий индикатор (водонерастворимый) ТУ 6-09-1058-76

5%-ный водный раствор уксусной кислоты б1 - 75

Гезердин чда ГОСТ 9945-62

Натрий углекислый ч ГОСТ 53-79

Цинковая пыль ГОСТ 989-62

n-Диметиламинобензальдегид чда ТУ 6-09-327.2-77

### Проявляющие реагенты:

Бромфеноловый синий (БФС) используют для обнаружения карбофоса, фоксима, метилнитрофоса. 0,05 г бромфенолового синего растворяют в 10 мл ацетона и доводят до 100 мл 0,5%-ным раствором азотнокислого серебра в смеси ацетона с водой 3:1. Через 10 мин после опрыскивания БФС пластинку опрыскивают 5%-ным раствором уксусной кислоты.

Щелочной раствор резорцина используют для обнаружения хлорофоса и ДДВФ. 2%-ный водный раствор резорцина перед опрыскиванием смешивают с 10%-ным водным раствором углекислого натрия в отношении 2:3.

Раствор п-диметиламинобензальдегида используют для обнаружения метилнитрофоса и фенитрооксона на пластинках с добавкой цинка. 0,25%-ный раствор п-диметиламинобензальдегида в этаноле. Раствор перед обработкой пластинок смешивают в соотношении 10:1 с ледяной уксусной кислотой.

#### 2.2.4. Для газожищностной хроматографии (ГЖХ)

Стационарная фаза - метилсиликоновый полимер SE-30 в количестве 5% на хроматоне N-AW-ИМДС 0,16-0,20 мм и в количестве 3% на хроматоне N-AW-ИМДС.

Водород ГОСТ 3022-70

Азот особой чистоты (содержание  $O_2$  не должно превышать 0,003%)  
Гост 9293-74  
Стеклопата

### 2.3. Приборы и посуда

#### 2.3.1. Для экстракции

Колбы конические плоскодонные на шлифах, емкостью 250, 100 мл - ГОСТ 10394-72

Воронки химические  $\phi = 60$  мм ГОСТ 8613-75

Цилиндры мерные на 100,25,10 мл ГОСТ 1770-74

Пробирки мерные на шлифах емкостью 5 - 10 мл ГОСТ 1770-74

Ротационный испаритель с набором колб ИР-ИМ ТУ-25-11-917-76

#### 2.3.2. Для хроматографических определений

Хроматограф марки "Цвет" с термомонным детектором ТУ 1.500.033

Баллон для азота особой чистоты

Баллон для водорода

Компрессор для нагнетания воздуха

Колонки стеклянные, длина 1 м и 3,5 м, внутренний диаметр 3 мм

Микрошприц на 10 мкл МШ-10 ТУ 5Е 2.833.024

Стеклянные пластинки размером 9x12 см

Камера для хроматографирования  $\phi = 15$  см,  $H = 20$  см, ГОСТ 10565-75

Пульверизаторы стеклянные

Камера для опрыскивания (стеклянный колпак  $\phi = 250$  мм) -  
СТУ30-6I92-75

Пипетки на 1 мл, 5 мл, 10 мл ГОСТ 20 292-74 2 КЮ

Мерные колбы емкостью 25, 100 мл ГОСТ 1770-74

Микропипетки на 0,1 мл с ценой деления 0,01 мл ГОСТ 1770-74

Термостат СИ-35

Ступка керамическая  $\phi = 10$  см

Эксикатор

#### 2.4. Подготовка к определению

##### 2.4.1. Отбор, хранение и доставка проб.

Отбор и хранение проб производят в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб ...", утвержденными заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР А.И. Заиченко за № 2051-79 от 21 августа 1979 г.

##### 2.4.2. Приготовление пластинок для ТСХЭ и ТСХ

###### 2.4.2.1. Пластинки с гипсом

Для приготовления 12 пластинок берут 35 г силикагеля КСК, 2 г сернокислого кальция, приготовленного как описано в п.2.2.3. и 90 мл дистиллированной воды. Силикагель с гипсом растирают в фарфоровой ступке, прибавляют воду и размешивают до образования однородной массы. 10 г суспензии наносят на пластинку и равномерно распределяют по поверхности. Сушат пластинки строго в горизонтальном положении в течение 18-20 часов при комнатной температуре, хранят в эксикаторе.

###### 2.4.2.2. Пластинки с крахмалом.

Для приготовления 15 пластинок берут 40 г силикагеля КСК, 1 г крахмала и 125 мл дистиллированной воды. Крахмал заваривают в 20 мл воды, доливают остальную воду, засыпают силикагель и хорошо перемешивают. Далее поступают как описано в п.2.4.2.1.

###### 2.4.2.3. Пластинки с добавлением цинковой пыли.

Для приготовления 7 пластинок берут 14 г силикагеля КСК,

1,5г сернистого кальция, приготовленного как описано в п.2.2.3., 1 просеянной цинковой пыли, смешивают в ступке, прибавляют 40 мл дистиллированной воды, хорошо перемешивают и наносят на пластинки (~ по 6 мл).

## 2.5. Описание определения

### 2.5.1. Экстракция.

Из средней пробы зерна, муки, отрубей, измельченного хлеба массой 1 кг для анализа методом квартования отбирают три навески по 25 г (зерно 50 г). Пробу заливают 50 мл ацетона и оставляют на час, периодически встряхивая. Сливают растворитель через фильтр, пробу заливают новой порцией ацетона и экстрагируют еще 1 час. Объединяют обе порции экстракта, сушат безводным сернистым натрием в течение 15 мин и переносят в прибор для отгонки растворителей. Упаривают растворитель до объема ~1 мл под вакуумом на ротационном испарителе при температуре бани не более 45°C. Остаток из колбы переносят в мерную пробирку, фильтруя через бумажный фильтр, смоченный ацетоном. Ополаскивают колбу ацетоном, фильтруя смывы, доводит объем в пробирке до 5 мл. Проводит предварительную идентификацию хромато-энзимным методом.

### 2.5.2. Хромато-энзимное определение

Для хромато-энзимного определения используют пластинки, приготовленные как описано в п.2.4.2.1. С целью уменьшения краевого эффекта с хроматографической пластинки снимают с краев вдоль направления движения подвижной фазы (со стороны 12 см) слой сорбента шириной 2 - 3 мм. Затем вдоль этой же стороны пластинку разделяют полосами на 4 равные части. Экстракт пробы в объемах 2 и 20-50мкл (из общего объема 5 мл) наносят на 1-ю и 3-ю полосы трех пластинок. Затем в качестве стандарта на 2-ю и 4-ю полосы 1-й пластинки наносят хлорофос в количестве 0,01 и 0,05 мкг, на вторую пластинку - фенипроксон в количестве 0,001-0,010 мкг, на третью - карбофос в количестве 0,001 и 0,010 мкг.

Пластинки с фенипроксоном (пластинка №2) и карбофосом (№3) хроматографируют в хлороформе, а пластинку с хлорофосом (№1) в смеси н-гексан-ацетон 1:1, т.к.  $R_f$  хлорофоса в хлороформе 0 (см. таблицу 2.1.1.). Затем пластинку №1 активируют аммиаком, №2 не активируют и №3 активируют бромом.

#### 2.5.2.1. Активация аммиаком.

Пластинку №1 после хроматографирования и удаления раствора

тели с пластинки опрыскивают разбавленным раствором аммиака (1 часть аммиака и 4 части воды) до слабого увлажнения слоя. Экспозиция 15 мин при комнатной температуре. Затем проводится ингибирование.

#### 2.5.2.2. Активация бромом.

Пластинку № 3 после хроматографирования и удаления растворителя помещают на 1 минуту в эксикатор, насыщенный парами брома. После удаления избытка брома с пластинки (~60 мин) проводится ингибирование.

#### 2.5.2.3. Ингибирование.

После активации 1-й и 3-й пластинок все три пластинки опрыскивают свежеприготовленным ферментным раствором и инкубируют в течение 40-60 мин в насыщенном водными парами термостате при температуре 38°C. Для увлажнения в термостат ставят чашку Петри с водой.

#### 2.5.2.4. Проявление пластинок.

После инкубации пластинки опрыскивают раствором индоксил-ацетата, приготовленным как указано в п. 2.2.2. Пестициды проявляются в течение 10-30 мин в виде белых пятен на светло-синем фоне. Идентификацию соединений проводят в соответствии с данными, приведенными в таблице 2.1.1, ориентируясь на величины  $R_f$  и способ активации.

#### 2.5.2.5. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят путем сравнения площади пятна пробы с наиболее близкой к ней по величине площадью стандарта. Пропорциональная зависимость площади пятна от концентрации соблюдается для исследуемых пестицидов в пределах 0,001-0,100 мкг. Содержание пестицида в пробе рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{A \cdot V_1 \cdot S_2 \cdot Y}{S_1 \cdot V_2 \cdot P} \quad , \text{ где}$$

X - содержание пестицида в пробе, мг/кг

A - содержание пестицида в стандарте, мкг/мл

$V_1$  - объем стандарта, нанесенного на пластинку, мл

$S_1$  - площадь пятна стандарта, мм<sup>2</sup>

$S_2$  - площадь пятна пробы, мм<sup>2</sup>

$Y_2$  - объем экстракта, нанесенного на пластинку, мкл

$Y$  - общий объем экстракта, мл

$P$  - масса пробы, взятой для анализа, г.

Для подтверждения структуры соединения, установленного хромато-энзимным методом дальнейшее определение проводят в соответствии со схемой, приведенной на рис.2.1.1., методом газожидкостной или тонкослойной хроматографии.

### 2.5.3. Газохроматографический анализ

Для подтверждения наличия в пробе фоксима и МНФ, характеризующихся близкими значениями  $R_f$  и одинаковым способом активации (см.табл.2.1.1.) используется метод ГЖХ.

В этом случае для анализа используется ацетоновый экстракт пробы (5 мл), полученный как описано в п.2.5.1.

Определение проводится на хроматографе марки "Цвет" с термомононным детектором. Рабочая шкала электрометра  $2 \cdot 10^{-10}$ , скорость протяжения ленты самописца 200 мм/час, скорость газа-носителя азота 22 мл/мин.

#### 2.5.3.1. Условия хроматографирования

Определение МНФ.

Колонка стеклянная, длина 1 м, внутренний диаметр 3 мм.

Носитель хроматон N-AW'-НМДС с 5% SE-30.

Температура колонки 190°C, испарителя 200°C.

При указанных условиях хроматографирования время удерживания МНФ 3,8 мин. Фоксим при этих условиях разрушается на колонке.

Определение фоксима.

Колонка стеклянная, длина 3,5 м, внутренний диаметр 3 мм.

Носитель хроматон N-AW'-НМДС с 3% SE-30.

Температура колонки 160°C, испарителя 175°C.

При указанных условиях хроматографирования время удерживания фоксима 2,1 мин. При этом пик МНФ размытый, время удерживания 4,1 мин.

#### 2.5.3.2. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят методом соотношения со стандартом по высоте пиков, расчет ведут по формуле:

$$X = \frac{A \cdot N_2 \cdot Y_1 \cdot Y}{N_1 \cdot Y_2 \cdot P}, \text{ где}$$

$X$  - содержание пестицида в пробе, мг/кг

A - количество пестицида в стандартном растворе, введенном в хроматограф, мкг/мл.

$V_1$  - объем стандартного раствора пестицида, введенного в хроматограф, мл

$H_1$  - высота пика стандартного раствора пестицида, мм

$H_2$  - высота пика пестицида в пробе, мм

$V_2$  - объем пробы, введенный в хроматограф, мл

$V$  - общий объем экстракта после упаривания и разведения, мл

P - масса анализируемой пробы, г.

#### 2.5.4. Тонкослойнохроматографический анализ

Для подтверждения структуры исследуемых соединений после предварительной идентификации хромато-энзимным методом используется также метод хроматографии в тонком слое (см. рис. 2.1.1.)

##### 2.5.4.1. Очистка экстракта.

Ацетоновый экстракт (5 мл), полученный как описано в п. 2.5.1. упаривают на ротационном испарителе под вакуумом при комнатной температуре досуха. Сухой остаток растворяют в 5 мл этанола и вымораживают при 0°C в течение 30 мин. Выпавшие хлопья отфильтровывают через бумажный фильтр, раствор переносят в пробирку со шлифом емкостью 5 мл, упаривают растворитель под вакуумом на ротационном испарителе (в бани 45°C) до ~ 0,3 мл и проводят определение методом хроматографии в тонком слое.

##### 2.5.4.2. Определение хлорофоса и ДДВФ

Остаток из пробирки количественно переносят на хроматографическую пластинку. Используют пластинки с тонким слоем силикагеля КСК с крахмалом, приготовленные как описано в п. 2.4.2.2.. На эту же пластинку наносят стандартные растворы пестицида в количестве 4 - 20 мкг. Подвижный растворитель н-гексан:ацетон 1:1; для обнаружения используют раствор резорцина. После опрыскивания пластинку помещают в сушильный шкаф при температуре 100°C на 5 - 7 мин. Хлорофос и ДДВФ проявляются в виде оранжевых пятен с  $R_f$  0,34 и 0,56 соответственно. Нижний предел обнаружения каждого препарата 1 мкг.

##### 2.5.4.3. Определение МНФ и фенитрооксона

Остаток из пробирки количественно переносят на хроматографическую пластинку. Используют пластинки с тонким слоем силикагеля: КСК с гипсом и добавкой пинковой ичи, как описано в

п.2.4.2.3. На эту же пластинку наносят стандартные растворы пестицида в количестве 4 - 20 мкг. Подвижный растворитель и-гексан-ацетон 4:1; для обнаружения используют раствор п-диметиламино-бензальдегида. После опрыскивания пластинку термостатируют при 100-120°C в течение 5-7 мин. Метилнитрофос и фенитрооксон проявляются в виде желтых пятен на белом фоне с  $R_f$  0,41 и 0,24 соответственно. Нижний предел обнаружения каждого 2 мкг.

#### 2.5.4.4. Определение карбофоса.

Остаток из пробирки количественно переносят на хроматографическую пластинку. Используют пластинки с тонким слоем силикагеля КСК с крахмалом, приготовленные как описано в п.2.4.2.2. На эту же пластинку наносят стандартные растворы пестицида 4-20 мкг. Подвижная фаза хлороформ; для обнаружения используют бромфеноловый реактив. Через 10 мин после опрыскивания этим реактивом фон обезбечивают 5%-ным раствором уксусной кислоты. Препарат проявляется в виде синих пятен на светлом фоне  $R_f$  0,46. Нижний предел обнаружения 1 мкг. Этим же реактивом проявляются фоксим и МНФ, имеющие в указанных условиях хроматографирования  $R_f$  0,85 и 0,91. При наличии последних их идентифицируют методом ГЖХ, как было описано в п.2.5.3.

#### 2.5.4.5. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят путем сравнения проб со стандартами. При концентрациях 1 - 20 мкг для исследуемых пестицидов наблюдается пропорциональная зависимость концентрации от площади пятна. При большем содержании пестицидов берут аликвотную часть пробы. Содержание каждого вещества в пробе рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{A \cdot S_2'}{S_1' \cdot P} \quad , \text{ где}$$

- X - содержание пестицида в пробе, мг/кг
- A - содержание пестицида в стандарте, мкг
- $S_1'$  - площадь пятна стандарта, мм<sup>2</sup>
- $S_2'$  - площадь пятна пробы, мм<sup>2</sup>
- P - масса пробы, взятая для анализа, г.

2.6 Обработка результатов анализа приведена в 2.5.2.5., 2.5.3.2., 2.5.4.5.



3 . Требования безопасности

Соблюдаются требования безопасности, рекомендуемые для работы с химическими реактивами.

4 . Методические указания разработаны во ВНИИ гигиены и токсикологии пестицидов, полимерных и пластических масс, г. Киев.  
Авторы: Письменная М.В., Клысенко М.А.

С О Д Е Р Ж А Н И Е

ХЛОРООРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

	Стр.
1. Временные методические указания по определению ХОП (ДДТ, ДДЭ, ДДД, -ГХЦГ) в рыбе и рыбной продукции методом газожидкостной хроматографии.	1
2. Методические указания по определению ХОП и симтриазиновых пестицидов при их совместном присутствии в почве с помощью ГЛХ.	12
3. Временные методические указания по определению остаточных количеств митрана в воде, сливах и яблочках методом ТСХ.	23

ФОСФОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

1. Методические указания по определению азота в воздухе рабочей зоны методами ГЛХ и ТСХ.	29
2. Временные методические указания по определению ботвы в ботве и клубнях картофеля, листьях и стеблях хлопчатника, капусте, почве и воде ТСХ и ГЛХ.	36
3. Методические указания по определению глифосата и его метаболита - аминокетилфосфоновой кислоты методом хроматографии в воде, почве, растительном материале.	46
4. Методические указания по определению остаточных количеств дурсбана в воде, почве, лесной растительности и биосредах методом ТСХ.	54
5. Временные методические указания по определению каунтора в растениях сахарной свеклы и почве методом ТСХ.	61

6. Методические указания по определению метилмеркапто-  
фоса в воде, почве, винограде и зеленой массе хме-  
ля ГЖХ и ТСХ. 67
7. Временные методические указания по определению офу-  
нака методами ГЖХ и ТСХ в почве, растениях, воде водое-  
мов. 76
8. Временные методические указания по определению протио-  
фоса в растительном материале, почве и воде методами  
ГЖХ и ТСХ. 82
9. Временные методические указания по определению се-  
лекрона в растительной продукции, почве и воде ТСХ  
и ГЖХ. 91
10. Временные методические указания по определению хлоро-  
фоса энзимно-хроматографическим методом в листьях  
белладонны и траве мяты перечной. 98
11. Методические указания по определению в зерне и про-  
дуктах его переработки ФОП, применяемых для обеззаражи-  
вания зерна и зернохранилищ, хроматографическими мето-  
дами. 105

#### АЗОТСОДЕРЖАЩИЕ ПЕСТИЦИДЫ

1. Методические указания по определению остаточных коли-  
честв акрекса, диносеба, каратана, ДНОКа в воде, почве,  
и растительном материале хроматографическими методами. 119
2. Временные методические указания по определению байгона  
методом ГЖХ в молоке. 138
3. Временные методические указания по определению барнона  
в воде, почве, растениях методом ГЖХ. 148

4. Методические указания по определению кронетона в воде, почве, корнеклубнеплодах и растительном материале ТСХ. 154
5. Временные методические указания по определению ридомила методом хроматографии в воде, почве, растительном материале. 160
6. Временные методические указания по определению рон-рала методом ТСХ в воде, почве, томатах, картофеле, винограде, виноградном соке и вине. 168
7. Временные методические указания ронилана в растительной продукции, почве и воде ТСХ и ГЭХ. 175
8. Временные методические указания по определению эвисекта в растительной продукции, почве и в воде ТСХ. 182
9. Временные методические указания по определению этиримола в растительной продукции, почве и воде ТСХ. 188

#### ПРОЧИЕ ПЕСТИЦИДЫ

1. Временные методические указания по определению геранилбутирата методом ГЭХ и ТСХ в почве, воде, корнеплодах и листьях сахарной свеклы. 195
2. Временные методические указания по определению бромпропилата(неорона) в яблоках и citrusовых методом газовой хроматографии. 206
3. Временные методические указания по определению иллоксана в воде и почве методом ГЭХ. 211
4. Временные методические указания по хроматографическому определению изатрина в почве и воде. 217

- |   |     |
|---|-----|
| 5. Временные методические указания по определению омаита методами ГЖХ и ТСХ в почве, в воде и растениях.  | 224 |
| 6. Методические указания по определению хлората магния в почве, воде, растениях (подсолнечнике, луке) и в воздухе полярографическим и хроматографическим (ТСХ) методами.  | 230 |
| 7. Временные методические указания по определению остаточных количеств некоторых аналогов ювенильного гормона (алтосида, алтозара и п-бромфенилового эфира гераниола) в растениях картофеля и почве методами ТСХ и ГЖХ. | 247 |
| Дополнения  | 258 |

Л- 71958 от 20. I. 83г Тираж 2000 экз., заказ № 1873

Типография ВАСХНИЛ