

**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 врача СССР

А.И.Зайченко

" 01 " июля 1986 г.

№ 4125-86

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

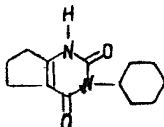
ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ЛЕНАЦИЛА
В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Характеристика анализируемого пестицида

Название по номенклатуре СЭВ, ИСО, ГС: ленацил

Химическое название д.в.: 3-циклогексил-5,6-триметиленурацил.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_{13}H_{18}N_2O_2$

Молекулярная масса: 234,3

Синонимы: вензар, вензар Н-634, гербицид 634, урацил 634,
ГМ, гексилур.

Физические и химические свойства: кристаллическое вещество
белого цвета, т.плавления 311-312°C. Практически нерастворим в во-
де. Растворим в хлороформе, этаноле, пиридине, диметилформамиде.
Малолетуч.

Малотоксичен. Оральная токсичность $LD_{50} = 10000$ мг/кг (для
крыс).

ПДК в воде водоемов 0,2 мг/л, МДУ в столовой свекле 0,5 мг/кг.

ПДК в воздухе рабочей зоны 0,5 мг/м³.

Применяется в качестве гербицида на плантациях сахарной свек-
лы.

Агрегатное состояние в воздухе - аэрозоль.

I. Характеристики метода

1. Метод основан на газохроматографическом определении ленацила с использованием пламенно-ионизационного детектора на неподвижной фазе Е-301 после выделения из воздушных проб адсорбцией на бумажный фильтр.

2. Метрологическая характеристика метода

Диапазон определяемых концентраций от 0,125 до 2,5 мг/м³.

Предел обнаружения 0,05 мкг

Предел обнаружения 0,125 мг/м³

Среднее значение определения стандартных количеств в пробе 90,3%.

Число параллельных определений 9

Стандартное отклонение, S , 7,5%

Относительное стандартное отклонение, ΔS , 0,08

Доверительный интервал среднего при $P = 0,95$ и $n-1$:
90,3 \pm 6,4%.

Среднее значение определения стандартных количеств и доверительный интервал среднего рассчитывался для концентраций 0,125; 0,25; 2,5 мг/м³.

3. Избирательность метода

Определение не мешают все сопутствующие в производстве вещества (енамин, кетозфир, мочевины, циклогексиламин, циклогексил-мочевина, дибутиладипинат, бутанол), а также гербициды группы феноксиалканкарбоновых кислот, трихлорацетат натрия, далапон, симм. триазины, ХОП и др.

П. Реактивы, растворы, материалы

Ленацил, 99,5%-ный

Спирт этиловый технический, ГОСТ 18300-72

Ацетон, ГОСТ 2603-79

Насадка для хроматографической колонки: хроматон *N-AW-DMCS* (фр. 0,20-0,25 мм) с 5% кремнийсиликона Е-301.

Азот технический газообразный ГОСТ 9293-74 в баллоне с редуктором.

Водород технический ГОСТ 3022-70 в баллоне с редуктором
Фильтры бумажные обеззоленные "синяя лента" ТУ 6-09-1678-77

II. Приборы и посуда

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором типа "Цвет" или аналогичный .

Колонка хроматографическая стеклянная 130 x 0,35 см.

Микрошприц МШ-10, ТУ 2-933-106

Испаритель ротационный ИР-1М, ТУ 25-11-917-74

Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-77

Фильтродержатель

Колбы грушевидные для отгонки растворителя, ГОСТ 10394-72

Колбы мерные, цилиндры, мензурки, ГОСТ 1770-74

Пипетки различной емкости, ГОСТ 20292-74

Стаканы химические емкостью 50 мл, ТУ 25-11-944-74

Подготовка к определению

Приготовление стандартных растворов

Стандартный раствор ленацила № 1 с концентрацией 1000 мкг/кг готовят растворением навески 0,0500 г в 50 мл этилового спирта. Раствор устойчив в течение недели.

Стандартный раствор ленацила № 2 с концентрацией 50 мкг/мл готовят разбавлением 2,5 мл в 50 мл этилового спирта. Раствор устойчив в течение недели.

Подготовка хроматографической колонки

Хроматографическую колонку заполняют насадкой, состоящей из хроматона с нанесенной на него в количестве 5% неподвижной жидкой фазой Е-301, устанавливают в термостат хроматографа и стабилизируют в токе газа-носителя при температурах 230°C 8-10 ч и 220°C - 2-3 ч. Колонку в период продувки отсоединяют от детектора.

IV. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 4-5 л/мин аспирируют через бумажный фильтр "синяя лента", укрепленный в фильтродержателе. Для определения 1/2 ЦДК отбирают 100 л воздуха. Пробы можно хранить в течение 6/8 дней.

У. Условия анализа

Бумажный фильтр извлекают из фильтродержателя, помещают в химический стакан и экстрагируют трижды смесью этанола с ацетоном (3:1) порциями по 10 мл по 3-4 мин. Экстракты сливают в отгонную колбу. Растворитель отгоняют досуха (ротационный испаритель, ток воздуха). Сухой остаток растворяют в 1 мл смеси этанола с ацетоном (3:1).

Условия хроматографирования:

Рабочая шкала электрометра 100 x 10⁻¹²а

Хроматографическая колонка стеклянная размером 130 x 0,35 см

Твердый носитель: хроматон N-Aw-DMS (фр. 0,20-0,25 мм)

Неподвижная жидкая фаза: кремнийсиликон E-30I, нанесенный в количестве 5% на хроматон

Температурный режим - изотермический

Температура (°C) в термостате колонок 220, испарителя 250

Газ-носитель: азот технический

Скорость (мл/мин) газовых потоков: газа-носителя 100, водорода 50, воздуха 500.

Абсолютное время удерживания 8,75

Объем раствора, вводимый в испаритель 1-4 мкл.

Хроматографирование пробы проводят трижды, измеряют высоты пиков ленацила, вычисляют среднее значение высоты. В этих же условиях хроматографируют 1-4 мкл стандартного раствора ленацила № 2. Хроматографирование также проводят трижды, вычисляют среднее значение высоты пика.

Концентрацию ленацила в воздухе (X) в мг/м³ вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G \cdot H_{\text{пр}} \cdot V_0}{H_{\text{ст}} \cdot V_1 \cdot V_{20}}$$

где: G - количество ленацила в хроматографируемом объеме стандартного раствора, мкг;

H_{пр}, H_{ст} - средняя высота пика на хроматограмме растворов исследуемого и стандартного соответственно, мм;

V₁ - объем исследуемого раствора, вводимый в хроматограф, мл;

V_0 - общий объем исследуемого раствора, мл;

V_{20} - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный 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 (отделениях, отделах) санитарно-эпидемиологических учреждений системы МЗ СССР № 2455-81 от 20.10.81.

VII. Разработчики

Пиленкова И.И., Фатьянова А.Д., Кркова Р.Г.

Всесоюзный научно-исследовательский технологический институт гербицидов и регуляторов роста растений (ВНИТИГ), г.Уфа.

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 сульфидофоса 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 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 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 **лепидоцида** на обработанных им растениях иммунофлюоресцентным методом
22 мая 1985 г. № 3891—85 355