

**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 XV-я**

Москва — 1984 г.

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

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

Москва -- 1984 г

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 д.б.н. М.А.Клисенко).

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

#### РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

Л.Г.Александрова, Д.Б.Гиренко, **С.В.Донатко** (секретарь),  
М.А.Клисенко (председатель), Г.И.Короткова, В.Е.Кривенчук,  
М.В.Письменная (зам.председателя), Г.А.Хохолькова.

" УТВЕРЖДАЮ "

Заместитель Главного Государственного  
санитарного врача СССР

А.И. Заиченко

"28 " декабря 1982 г.

№ 2652-82.

Методические указания  
по определению ТИОДАНА в растительных  
маслах методом газо-жидкостной хроматографии.

## I. Краткая характеристика препарата

Физико-химические свойства тиодана и продуктов его превращения изложены в сборнике "Методы определения микроколичеств пестицидов в продуктах питания, кормах и внешней среде", ч.Х., стр. 10-11. МДУ в хлопковом масле 0,05 мг/кг.

### 2. Методика определения тиодана

#### 2.1. Основные положения

##### 2.1.1. П р и н ц и п м е т о д а .

Метод основан на экстракции тиодана из растительного масла n-гексаном (жидким или парами) и последующей колоночной очистке полученных экстрактов. Идентификация и количественное определение проводится с помощью метода газо-жидкостной хроматографии. Среднее значение определения 70-75%.

##### 2.2. Р е а к т и в ы и р а с т в о р ы .

n-гексан, х.ч., перегнанный дважды; ТУ 6-09-3375-78  
диэтиловый эфир, ч., перегнанный;  
кислота серная, х.ч., уд.вес 1,84; ГОСТ 4204-77  
натрий серноокислый, х.ч., безводный; ГОСТ 4166-76  
смесь диэтилового эфира с n-гексаном 15:85;  
кремний окись для люминофоров, ч., растирают в ступке;  
стекловата, очищенная концентрированной серной кислотой  
и промытая дистиллированной водой, высушенная;  
стандартные растворы тиодана в n-гексане 0,04 мкг/мл  
и 0,1 мкг/мл;  
газ-носитель - азот особой чистоты; ГОСТ 9293-74  
твердый носитель - хроматон № АW-ДИС, 80-100 меш с  
5% неподвижной фазы - метилсилоксан / В-30.

Для приготовления насыщенного раствора безводного серно-кислого натрия в серной кислоте навеску 100 г безводного серно-кислого натрия растворяют в 1 л серной кислоты.

Для приготовления окиси кремния помещают в фарфоровую ступку и при растирании заливают одной объемной частью серной кислоты. Пропитку кислотой производят непосредственно перед употреблением.

Приготовление хроматографической колонки для анализа растительного масла: 1 см. стекловаты, нижний сухой слой окиси кремния 6 см., верхний слой окиси кремния, пропитанный серной кислотой 3 см.

При заполнении колонки каждый слой последовательно промывают гексаном (всего 20-30 мл).

### 2.3. Приборы и посуда

хроматограф "Цвет-5" (или другой марки) с детектором по захвату электронов,

колонка хроматографическая стеклянная длиной 1 м и внутренним диаметром 3 мм,

микрошприц на 1 мкл,

ротационный испаритель ИР-1, ТУ 25-II-917-74

термостатируемый экстрактор (см. схему),

термометры контактные,

колонки стеклянные хроматографические, диаметр 15 мм, высота 150 мм,

колбы круглодонные на 100 и 250 мл, ГОСТ 10394-72

воронки химические, ГОСТ 8613-75

цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74

пикнометры на 5 мл и 10 мл,

пипетки на 5 мл и 1 мл, ГОСТ 1770-74

шприцы медицинские на 1 мл;

### 2.4. Отбор проб и подготовка к определению

Отбор проб производится в соответствии с унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения

микроколичество пестицидов, утвержденных Заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР № 2051-79 от 21.08.79г.

## 2.5. Проведение определения

### 2.5.1. Экстракция и очистка экстрактов.

Из тщательно перемешанного растительного масла отбирают медицинским шприцом 2,5 мл, переносят в пикнометр на 5 мл, доводят объем до 5 мл н-гексаном в пикнометре и энергично перемешивают. 1 мл исследуемого раствора медицинским шприцом на 1 мл медленно вводят через инжектор в термостатируемый экстрактор, нагретый до 245<sup>0</sup> С, при одновременном поступлении в него паров гексана. Одновременно, в место ввода пробы в ту же экстракционную трубку подаются пары гексана со скоростью 2 мл/мин (в пересчете на жидкость). Выходящие из экстракционной трубки пары конденсируются в приемнике, охлаждаемом льдом, предварительно заполненным на 1/3 объема н-гексаном. Экстракция длится 16 минут, после чего полученный конденсат (около 100 мл), собранный в круглодонной колбе, концентрируют на ротационном испарителе до объема 30 мл, пропускают через колонку (см. приготовление колонки), которую затем промывают с помощью 50 мл смеси н-гексана и диэтилового эфира.

Из очищенного экстракта растворитель досуха отгоняют на ротационном испарителе. После этого в отгонную колбу немедленно пипеткой вводят 1 мл н-гексана, распределяя его тонкой пленкой по поверхности колбы, начиная от ее горлышка.

### 2.5.2. Идентификация и количественное определение.

5 мкл полученного раствора вводят в инжектор газового хроматографа.

#### Условия хроматографирования

Стеклоянная хроматографическая колонка 1 м x 3 мм  
Носитель - хроматон № АМ-ДМС, пропитанный 5% SE-30,  
80-100 меш.

Температурные режимы: испарителя - 240<sup>0</sup>С; колонки - 200<sup>0</sup>С;  
детектора - 250<sup>0</sup>С.

Скорость газе-носителя - 80 мл/мин.

Рабочая шкала электрометра - 2,5. Ю А<sup>-II</sup>

Напряжение, подаваемое на детекторную систему - 120 в.

Скорость протяжки ленты 10 мм/мин.

Времена удерживания при данных условиях хроматографирования:

$\alpha$  - тиодана - 2' 24"

$\beta$  - тиодана - 3' 15"

## 2.6. Обработка результатов анализа.

Количество препарата вычисляют по формуле.

$$X = \frac{C \cdot S_2 \cdot V_2}{S_1 \cdot V_1 \cdot \rho}, \quad \text{или} \quad X = \frac{C \cdot H_2 \cdot V_2}{H_1 \cdot V_1 \cdot \rho}$$

где: X - количество препарата, мг/л или мг/кг;

C - количество препарата в стандартном растворе, введенном в хроматограф, мкг;

$S_1$  - площадь пика стандартного раствора препарата, введенного в хроматограф, мм<sup>2</sup>;

$H_1$  - высота пика стандартного раствора, введенного в хроматограф, мм;

$S_2$  - площадь пика препарата в пробе, мм<sup>2</sup>;

$H_2$  - высота пика препарата в пробе, мм;

$V_1$  - объем экстракта, введенного в хроматограф, мкл;

$V_2$  - общий объем экстракта после упаривания, мл;

$\rho$  - масса или объем анализируемой пробы, мл. или г.

Метрологическая характеристика метода :

Минимально детектируемое количество в хроматографируемом объеме (5 мкл):

$\alpha$  - тиодан - 0,1 нг;  $\beta$  - тиодан - 0,2 нг.

Линейность детектирования соблюдается в пределах от 0,1-5,0 нг.

Чувствительность метода :

$\alpha$  - тиодан -  $1 \cdot 10^{-2}$  нг/л;  $\beta$  - тиодан -  $2 \cdot 10^{-2}$  нг/л.

3. Методические указания подготовлены Беловой А.Б., Новиковой И.В., Лужниковой Г.А. (ВНИИ жиров, г. Ленинград).

## СОДЕРЖАНИЕ

## ГАМОИДОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

	стр
1. Временные методические указания по газохроматографическому определению альфа-3 в почве, воде и растительном материале	I
2. Временные методические указания по определению даконила в растительной продукции, почве и воде тонкослойной и газожидкостной хроматографией	8
3. Временные методические указания по определению дактала в эфирных маслах методом газожидкостной хроматографии	14
4. Методические указания по определению остаточных количеств далапона в воде, почве, моркови, винограде и в хлопковых семенах тонкослойной хроматографией	19
5. Методические указания по определению ДД и ДДБ в почве методом газожидкостной хроматографии	27
6. Временные методические указания по фотоэлектроколориметрическому определению глифтора в органах и тканях животных	35
7. Методические указания по определению пентадина методом газожидкостной хроматографии в семенах и зеленой массе люпина <del>и люпина</del> .	43
8. Временные методические указания по определению сумицидина в корневых клубнеплодах, молоке, растениях, почве методом газожидкостной хроматографии.	52
9. Временные методические указания по определению тиодана и продуктов его превращения в мясе, органах и тканях животных хроматографическими методами	58
10. Методические указания по определению тиодана в растительных маслах методом газожидкостной хроматографии	65
11. Временные методические указания по определению остаточных количеств тотрила в луке зеленом, репчатом методом тонкослойной хроматографии	69

## ФОСФОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

1. Методические указания по определению фосфорорганических пестицидов (дифос, ДДВФ, хостаквик, цианокс, циодрин) в почве хромато-энзимным методом 74

## АЗОТСОДЕРЖАЩИЕ ПЕСТИЦИДЫ

1. Временные методические указания по определению бутылкап-такса в почве, воде и растительном материале методом газожидкостной хроматографии 83
2. Временные методические указания по определению остаточных количеств дифенамида в почве, растениях и эфирных маслах <sup>ДР 40 ДРС</sup> жидкостной хроматографией 90
3. Временные методические указания по определению дефолианта дронпа методом хроматографии в тонком слое в волокнах, листьях, семенах хлопчатника и в почве 96
4. Временные методические указания по определению остаточных количеств картоцида (фитона) в картофеле, огурцах, томатах, луке, свекле и воде методом тонкослойной хроматографии 102
5. Временные методические указания по определению КН-77 в воде методом тонкослойной хроматографии 107
6. Временные методические указания по определению лигурона и лирониона в луке зеленом, репчатом методом тонкослойной хроматографии 113
7. Временные методические указания по определению метирама в растительных образцах (яблоках, огурцах, томатах) газохроматографическим методом 121.
8. Временные методические указания по определению митака в растительном материале, почве, воде, органах, тканях и моче животных методами тонкослойной и газожидкостной хроматографии 129
9. Временные методические указания по определению нимрода в почве, воде, огурцах методом тонкослойной хроматографии 136

10. Временные методические указания по определению роданида натрия в семенах подсолнечника и воде методом тонкослойной хроматографии. 144
11. Временные методические указания по определению рубигина в яблоках и огурцах хроматографическим методом 149
12. Временные методические указания по определению остаточных количеств сангора в воде, почве и в растительных объектах методом газожидкостной хроматографии 155
13. Временные методические указания по определению стомпа в воде, почве и растительных объектах методами газожидкостной, тонкослойной хроматографии и УФ-спектрофотометрии 167
14. Временные методические указания по определению сумилекса в воде, почве, семенах подсолнечника и биосредах методом тонкослойной хроматографии 183
15. Временные методические указания по определению остаточных количеств суффикса в почве хроматографическими методами 193
16. Временные методические указания по определению ТИ-78 в клубнях картофеля и воде 199
17. Методические указания по определению остаточных количеств табачарена в почве тонкослойной хроматографией 205
18. Временные методические указания по определению томилола в воде, почве и растительном материале методами тонкослойной и газожидкостной хроматографии 211
19. Временные методические указания по определению ФДН / КI, КI -диметил-КI-(3-хлорфенил)-гуанидина / в почве методом тонкослойной хроматографии 218
20. Методические указания по определению фенилмочевинных гербицидов (фенурон, которан, монурон, диурон, арезин, линурон, паторан, малоран) в почве, растительном материале и овощах методом газожидкостной хроматографии 225
21. Методические указания по определению фенилмочевинных гербицидов (фенурона, которана, монурона, диурона, дикурана, дозанекса, тенорана, фалорана, арезина, линурона, паторана, малорана) в воде, почве, растительной массе, овощах методом тонкослойной хроматографии 254
22. Методические указания по хроматографическому определению феномедифама (бетанала) в воде, почве, сахарной свекле и биологических средах 244

## ОЛОВООРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

- I. Временные методические указания по определению перофала в яблоках и почве методом тонкослойной хроматографии 257
2. Временные методические указания по определению действующего вещества препарата фликтран и его метаболитов (окись дихлоргексилолова, циклогексилолованная кислота) в воде, почве и растительном материале хроматографическим методом и неорганического олова в тех же средах спектрофотометрическим методом 263

## РАЗНОЕ

- I. Методические указания . Общие требования к методикам измерения концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны 273

Л - 64298 от 200385, Тираж 2000 экз., Заказ № 1020

---

Типография ВАСХНИЛ