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 — 1988

gost.e-ecolog.ru

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 ИМШиТМ им.Марциновского Е.И. и Лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

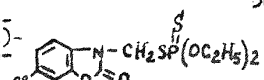
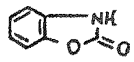
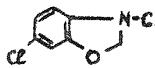
Л.Г.Александрова, Д.Б.Гиренко, А.А.Калинина (зам.председатель), М.А.Клисенко (председатель), Г.И.Короткова, М.В.Письменная, Г.А.Хохолькова, В.Е.Кривенчук.

"УТВЕРЖДАЮ"
Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР
А.И.ЗАИЧЕНКО
" 2I " ноября 1985 г.
№ 4019-85

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ ФОЗАЛОНА И ПОЛУПРОДУКТОВ ЕГО ПРОИЗВОДСТВА БЕНЗОКСАЗОЛОНА И 3-ОКСИМЕТИЛ-6-ХЛОРБЕНЗОКСАЗОЛОНА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Таблица I.

Физико-химические свойства веществ

Вещество химическое название	Структурная формула	Молекулярная масса	Растворимость	Температура плавления °С
Фозалон S-(6-хлорбензоксазолинон-2-ил)-3-метил-О,О-диэтилдитиофосфат		367,8	В воде - I0 мг/л. Хорошо - в ацетоне, спиртах, гексане, хлороформе, бензоле и др.	48
Бензоксазолон		I35,0	-"-"-	I38-I40
3-Оксиметил-6-хлорбензоксазолон		I65,0	-"-"-	I28-I37 с разложением

Вещества не летучи, в воздухе могут находиться в виде аэрозоля.

I. Характеристика метода

I.Определение основано на хроматографировании фозалона, бензоксазолона и 3-оксиметил-6-хлорбензоксазолона в тонком слое силикагеля (пластинки "Силуфол") с последующим обнаружением зон локализации фозалона бромфеноловым реагентом, бензоксазолона и 3-оксиметил-6-хлорбензоксазолона орто-толидиновым реагентом после хлорирования веществ на пластинке.

2. Отбор проб проводится с концентрированием на пористом фильтре.

3. Предел измерения в анализируемом объеме:

фозалона 0,4 мкг,

бензоксазолона 0,4 мкг,

3-оксиметил-6-хлорбензоксазолона 4 мкг.

4. Предел измерения в воздухе:

фозалона 0,25 мг/м^3 (при отборе 160 л воздуха),

бензоксазолона и 3-оксиметил-6-хлорбензоксазолона 0,5 мг/м^3 (при отборе 80 л воздуха).

5. Диапазон измеряемых концентраций*:

фозалона 0,25-3,13 мг/м^3,

бензоксазолона 0,5-4,0 мг/м^3,

3-оксиметил-6-хлорбензоксазолона 0,5-6,25 мг/м^3.

6. Определению не мешают полупродукты и растворители производства фозалона, в том числе: 0,0-диэтиловый эфир дитиофосфорной кислоты, хлорбензол, хлористый метилен, о-нитробензол, о-нитрофенол и др.

7. Границы суммарной погрешности для каждого компонента ± 15%.

8. Предельно допустимая концентрация фозалона 0,5 мг/м^3, бензоксазолона - 1 мг/м^3, 3-оксиметил-6-хлорбензоксазолона не установлена.

II. Реактивы, растворы, материалы

Ацетон, осч, ГОСТ 2603-79.

Хлороформ, чда, ГОСТ 20015-74.

Уксусная кислота, чда, ГОСТ 18270-72, конц. и 3%-ный раствор.

Бромфеноловый синий, чда, ТУ 6-09-1058-76.

$AgNO_3$, чда, ГОСТ 1277-75.

Проявляющий реагент 1. В 10 мл ацетона растворяют 0,05 г бромфенолового синего и доводят до 100 мл 1%-ным раствором $AgNO_3$ в смеси ацетон: вода (3:1). Проявитель хранят в темноте.

Соляная кислота, ч, ГОСТ 3118-77.

$KMnO_4$, чда, ГОСТ 20490-75.

о-Толидин, ч

КЭ , чда, ГОСТ 4232-74.

Проявляющий реагент 2. Растворяют в 30 мл уксусной кислоты 0,16 г о-толидина, доводят до 500 мл дистиллированной водой и добавляют 1 г КЭ . Проявитель хранят в темноте.

Стандартные растворы фозалона и бензоксазолона с содержанием 100 мкг и 3-оксиметил-6-хлорбензоксазолона с содержанием 1000 мкг/мл в ацетоне.

Стандартные растворы фозалона и бензоксазолона готовят растворением 10 мг вещества в мерных колбах на 100 мл в ацетоне, а 3-оксиметил-6-хлорбензоксазолона 0,1г - в тех же условиях. Стандартные растворы стабильны при хранении в холодильнике в течение 6 месяцев.

Ш. Приборы и посуда

Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-77.
Стеклянные пористые фильтры, ЛХУ-1, пор 160, диаметром 5 см.
Камера хроматографическая с притертой крышкой., ГОСТ 10565-75.
Камера для хлорирования с притертой крышкой.
Источник УФ света широкого диапазона волн.
Мерные колбы, ГОСТ 1770-74, на 100 мл.
Пробирки градуированные, ГОСТ 1770-74 с пробками на шлифах,на 10мл.
Пипетки, ГОСТ 1770-74 на 1 и 10 мл.
Микрошприц на 0,1 мл или микропипетка на 0,1 мл.
Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 10391-74.
Мерные цилиндры, ГОСТ 1770-74, на 100 мл.

IУ. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 10 л/мин аспирируют через стеклянный пористый фильтр. Для определения 1/2 ПДК фозалона достаточно отобрать 160 л, а 1/2 ПДК бензоксазолона - 80 л воздуха. Пробы, отобранные на фильтр, длительному хранению не подлежат и должны быть проанализированы в течение трех суток.

У. Условия анализа

С пористого фильтра вещества смывают 10 мл ацетона в пробирку, емкостью 10 мл. Доводят содержимое пробирки до метки (10мл) ацетоном. Пробирку закрывают пробкой на шлифе, и ее содержимое перемешивают. Аликвотную часть раствора 0,1 мл для фозалона и бензоксазолона и 1 мл для 3-оксиметил-6-хлорбензоксазолона при помощи микрошприца или микропипетки наносят на хроматографическую пластинку силуфол. Параллельно на пластинку наносят с помощью микрошприца или микропипетки серию стандартов с содержанием 0,4; 0,6; 0,8; 1; 2; ... 5 мкг при определении фозалона или бензоксазолона и 4, 6, 8, 10, 20, ... 50 мкг - при определении 3-оксиметил-6-хлорбензоксазолона. Серии стандартов готовят согласно таблице 2 и таблице 3.

Таблица 2

Шкала стандартов фозалона и бензоксазолона

№ стандарта	I	2	3	4	5	...	6
Стандартный раствор фозалона или бензоксазолона, содержащий 100 мкг/мл.	0,4	0,6	0,8	I,0	2,0	...	5,0
Ацетон мл	9,6	9,4	9,2	9	8		5
Содержание фозалона или бензоксазолона в 0,I мл, мкг	0,4	0,6	0,8	I	2	...	5

Таблица 3

Шкала стандартов 3-оксиметил-6-хлоробензоксазолона

№ стандарта	I	2	3	4	5	...	6
Стандартный раствор 3-оксиметил-6-хлорбензоксазолона, содержащий 1000 мкг/мл	0,4	0,6	0,8	I	2	...	5
Ацетон	9,6	9,4	9,2	9	8	...	5
Содержание 3-оксиметил-6-хлорбензоксазолона в 0,I мл, мкг	4	6	8	I0	20	...	50

При определении фозалона пластинку помещают в хроматографическую камеру, в которую за 30 мин до начала хроматографирования был налит подвижный растворитель бензол. После высушивания хроматограмму сначала обрабатывают из пульверизатора бромфеноловым проявляющим реагентом I, а затем, для снятия фона, - 5%-ным раствором уксусной кислоты. Фозалон на хроматограммах проявляется в виде голубых пятен на лимонно-желтом фоне с R_f 0,5±0,05. Пятна стабильны в течение 8-I0 мин. Линейность детектирования 0,4-5 мкг.

При определении бензоксазолона и 3-оксиметил-6-хлорбензоксазолона, Пластинку помещают в камеру, в которую за 30 мин до начала хроматографирования налит подвижный растворитель хлороформ:уксусная кислота (20:I). После развития пластинку сразу же помещают в камеру для хлорирования и выдерживают там пластинку 5-I0 мин. Хлорирующую камеру готовят ежедневно,

для чего в камеру помещают чашку Петри с I0 г марганцевокислого калия и осторожно приливают I0 мл конц.соляной кислоты. После хлорирования пластинку извлекают из камеры и выдерживают на воздухе до полного улетучивания следов хлора (примерно 20-30 мин). Опрыскивают из пульверизатора орто-толидиновым проявляющим реагентом (№2) и сразу же влажную помещают под УФ-свет на I0-20 с. Бензоксазолон и 3-оксиметил-6-хлорбензоксазолон проявляются в виде темно-серых пятен на белом фоне с R_f = 0,50±0,05 и 0,40±0,02 соответственно. Хроматограммы стабильны в течение I0 мин, а затем фон темнеет.Линейность детектирования бензоксазолона 0,4-4 мкг, 3-оксиметил-6-хлорбензоксазолона 4 -50 мкг.

Количественное определение проводят путем сравнения площади и интенсивности окраски пятен пробы и стандартных растворов.

Концентрацию вещества(X) в воздухе в мг/м^3 вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G \cdot V_I}{V \cdot V_{20}},$$

где: G- количество вещества, найденное в анализируемой пробе, мкг;

V_I - общий объем пробы, мл;

V - хроматографируемый объем пробы ; мл;

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

УI. 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 санитарно-эпидемиологических учреждений системы Минздрава СССР (№ 2455-81,20.I0.8I).

УП. Разработчики

Мельцер Ф.Р., Новикова К.Ф.(ВНИИ химических средств защиты растений с опытным заводом, г.Москва).

ОГЛАВЛЕНИЕ

стр.

Фосфорорганические пестициды

I. Временные методические указания по определению актеллика и базудина 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)
2I 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 примицида в растительном материале и в почве с помощью тонкослойной и газожидкостной хроматографии
2I 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 хлорофоса 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. №3884-85 51

9. Временные методические указания по хроматографическому определению ДД в воде
22 мая 1985 г. №3876-85 57

10. Временные методические указания по определению иодауна 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 ГЖХ 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.

I4. Временные методическиему указания по определению остаточных количеств фозилада в свекле методом газожидкостной хроматографии

22 мая I985 г. №3875-85 88

I5. Временные методические указания по определению регулятора роста растений ЭБФ-5 в воде, растительном материале методом ТСХ

2I ноября I985 г. №403I-85 93

I6. Методические указания по определению остаточных количеств хлорорганических пестицидов и продуктов их разложения (α-изомера ГХЦГ, γ-изомера ГХЦГ, гептахлора, альдрина, кельтана, ДДЭ, ДДД, ДДТ) в воде хроматографическими методами при совместном присутствии I июля I986 г. №4I20-86 99

Азотсодержащие пестициды

I7. Временные методические указания по определению ацетала в воде, почве, картофеле, зерне и зеленой массе кукурузы и сои методами ГЖХ и ТСХ

2I ноября I985 г. №4029-85 II3

I8. Методические указания по определению дифенамида в воде в воде методом тонкослойной хроматографии

2I ноября I985 г. №4033-85 I23

I9. Методические указания по определению карахола и его метаболита бензоилпропкислоты в почве методом газожидкостной хроматографии

3I июля I984 г. №3072-84 I27

стр.

20. Временные методические указания по определению лентаграна в растительной продукции, почве и воде ТСХ
12.04.85 г. №3253-85 136

21. Методические указания по определению монурона и диурона в чае методом газожидкостной хроматографии 3 января 1985 г. №3187-85 142

22. Временные методические указания по определению набу в воде, почве, капусте, сое и зеленых листьях методом хроматографии в тонком слое 22 мая 1985 г. №3880-85 148

23. Временные методические указания по определению раундапа в воде методом ТСХ (дополнение к №2434-81)
21 ноября 1985 г. №4034-85 156

24. Временные методические указания по определению соналена в воде, почве и зеленой массе сои хроматографическими методами
3 января 1985 г. №3200-85 162

25. Временные методические указания по определению соналена в маслах подсолнечника, репса и клещевины ТСХ 22 мая 1985 г. №3894-85 167

26. Временные методические указания по определению стомпа методом ТСХ в табаке
12 апреля 1985 г. №3252-85 171

27. Методические указания по определению тилта в растениях, почве, воде методом газожидкост-

ной хроматографии
3 января 1985 г. № 3190-85 179

28. Методические указания по определению триадимефона (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. № 4037-85 196

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

стр.

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 АМГ-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 геранилизовалерата 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 I июля 1986 г. №4122-86 247

40. Временные методические указания по определению дактала 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
I июля 1986 г. №4127-86 275

44. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций ленацила в воздухе рабочей зоны
I июля 1986 г. №4125-86 279

45. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций линурона в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4020-85 284

46. Временные методические указания по хроматографическому и газохроматографическому измерению концентраций лонтрела в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4016-85 288

47. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций метоксихлора, анизола и хлорала в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4022-85 298

48. Временные методические указания по фотометрическому и хроматографическому измерению концентраций инкала 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 ромунида 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 бензоксазолона и 3-оксиметил-6-хлорбензоксазолона в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4019-85 345

Стр.

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

Л-39603 от 12.02.88. Зак. 1327. Тир. 2000 экз. Объем 23 п. л.
[illegible]×84/16 Ротапринт

gost.e-ecolog.ru

Москва. Типография ВАСХНИЛ