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

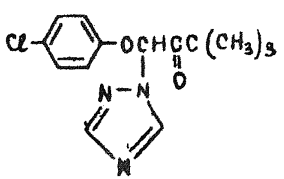
А.И.ЗАИЧЕНКО

" 22 " мая 1985 г.

№ 3893-85

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ТРИАДИМЕФОНА (БАЙЛЕТОНА) В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



М.м. 293,7

Триадимефон, синоним - байлетон (действующее начало 3,3-Диметил-I-(I *H* -I,2,4-триазолил-I)-I-(4-хлорфенокси)бутанон-2) бесцветное кристаллическое вещество, температура плавления 82,3°. Растворимость в воде при 20°С 0,26 г/кг, в циклогексаноне-600, изопропаноле- 200, дихлорметане- I200, толуоле -400. Не разлагается в присутствии 0,I н. серной кислоты и 0,I н. гидроксида натрия в течение 24 ч при 20°С.

Выпускается в виде 5 - 25%-ного смачивающегося порошка и I0%-ного концентрата эмульсии. Давление пара менее $I0^{-6}$ при 20°С и около $2.I0^{-5}$ при 40°С. Среднетоксичный пестицид. $ЛД_{50}$ для крыс (перорально) 572 мг/кг.

Препарат предназначен для борьбы с болезнями пшеницы, яблони, огурцов, дыни, виноградной лозы и др.

I. Характеристика метода.

Определение основано на хроматографировании препарата в тонком слое сорбента (пластинки "Силуфол ") в подвижной фазе гексан-ацетон (72:28) или изооктан и ацетон (70:30); бензол и этилацетат (90:10).

Зоны локализации обнаруживаются в виде синих пятен на желтом фоне после опрыскивания бромфеноловым реагентом с азотнокислым серебром, а затем раствором лимонной кислоты.

2. Предел обнаружения на хроматограмме - I мкг.

3. Предел измерения в воздухе (при отборе 200 л воздуха) - 0,003 мг/м^3.

4. Диапазон измеряемых концентраций от 0,003 - 20,0 мг/м^3.

5. Определению могут мешать фосфорорганические соединения, имеющие близкое значение R_f (рогор и др.).

6. Граница суммарной погрешности измерения ± 15,54%

7. ПДК в воздухе рабочей зоны 0,5 мг/м^3.

II. Реактивы, растворы, материалы

Ацетон - хч ГОСТ 2603-79

Бензол - хч ГОСТ 5955-75

Спирт этиловый ТУ - 6-09-1710-77

Стандартный раствор байлетона в этиловом спирте с содержанием 200 мкг/мл. Хранят в холодильнике не более 3-х месяцев.

Проявляющие реагенты

I. 0,4% ацетоновый раствор бромфенолового синего с 2% водным раствором азотнокислого серебра в равных объемах.

2. Для осветления фона пластинки после опрыскивания проявителем готовят осветляющий раствор, представляющий 2% водный раствор лимонной кислоты (можно уксусной).

Лимонная кислота - чда ГОСТ 3652-74.

Смесь растворителей: гексан и ацетон (72:28), изооктан и ацетон (70:30), бензол и этилацетат (90:10).

3. Стандартный раствор байлетона содержит 200 мкг/мл. Из торговой формы 25% смачивающегося порошка байлетона готовят насыщенный раствор в этиловом спирте, помещают его на водяную баню при 35-40°С и оставляют до полного растворения препарата. Затем раствор отфильтровывают и упаривают до небольшого объема и оставляют в холодильнике для кристаллизации. Выпавшие кристаллы отфильтровывают, промывают охлажденным этиловым спиртом и высушивают на воздухе. Дополнительным критерием чистоты препарата служит хроматографическая индивидуальность, при определении которой стандартные растворы, будучи нанесенными на пластинку в количестве 5-10 мкг, не содержат посторонних пятен после хроматографирования.

III. Приборы и посуда

Электроаспиратор для отбора проб воздуха, ТУ 64-1-862-77.

Микропипетки ГОСТ 20292-74.

Колбы грушевидные емкостью 25 мл ГОСТ 10394-72.

Цилиндры мерные на 10 мл - ГОСТ 1770-74.

Палочки стеклянные

Камера для хроматографирования ГОСТ 10565-75.

Хроматографические пластинки типа "Силуфол" производства ЧССР.

Пульверизатор стеклянный для обработки пластинок ГОСТ 10391-74

Весы аналитические

Фильтры АФА-ВП-10.

IУ. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 15 л/мин аспирируют через фильтр АФА-ВП-10. Для анализа необходимо 300 л воздуха. Длительность хранения пробы в холодильнике не более 2-х суток.

У. Условия анализа

Фильтр переносят в делительную воронку на 25 мл, заливают 2 мл этилового спирта и экстрагируют 10 мин. Экстракт сливают в цилиндр, отжимают фильтр стеклянной палочкой. Фильтр промывают еще раз 2 мл этилового спирта. Измеряют объем раствора. На пластинку наносят 0,1 мл растворителя так, чтобы размеры пятен не превышали 5-6 мм. Слева и справа от пробы наносят 3-5 мкг стандартного раствора. Пластинку высушивают и опускают в хроматографическую камеру. Приготовляют одну из подвижных фаз, наливают на дно камеры и опускают пластинку. Готовую пластинку оставляют на воздухе для просушки и опрыскивания проявляющим реактивом. Байлетон проявляется, как правило, в виде двух синих пятен на желтом фоне пластинки $R_{f\,1} = 0{,}22$; $R_{f\,2} = 0{,}56$ на пластинке "Силуфол".

Полуколичественное определение производится путем визуального сравнения интенсивности окраски и размера пятен исследуемой пробы и стандартных растворов. Для получения количественных данных содержание байлетона определяют путем измерения площади пятен на хроматограмме с помощью кальки, протертой вазелиновым или растительным маслом. Площадь пятна высчитывается методом наложения кальки на миллиметровую бумагу.

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

$$X = \frac{G_{ст} \cdot S_{пр} \cdot V_I}{S_{ст} \cdot V \cdot V_{20}},$$

где: $G_{ст}$-количество пестицида в стандартном растворе, мкг;
$S_{ст}$-площадь пятна на хроматограмме стандарта, мм^2;
$S_{пр}$-площадь пятна на хроматограмме пробы, мм^2;
V_I-общий объем пробы, мл;
V-хроматографируемый объем пробы, мл;
V_{20}-объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стан-

дартным 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 санитарно-эпидемиологических учреждений системы Минздрава СССР (№2455-81, 20.10.81 г.).

VII. Разработчики

Булычева Г.Н. (Рязанский медицинский институт, г.Рязань).

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