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.ЗАЙЧЕНКО

"22"мая 1985 г.

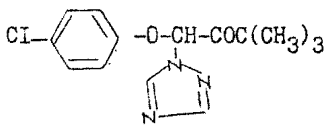
№3892-85

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ТРИАДИМЕФОНА (БАЙЛЕТОНА) МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ В ВОДЕ

I. Краткая характеристика фунгицида

I-(4 хлор-фенокси),3,3 диметил-I(Iн-I,2,4-триазолил-I)-2 бутанон

Структурная формула



Эмпирическая формула

$C_{14}H_{16}ClN_3O_2$

Байлетон - бесцветный порошок, не имеющий запаха. Общепринятое название - триадимефон

Молекулярная масса-293,7. Температура плавления-82,3°С, растворим в воде (0,026 г действующего вещества на 100 г при 20°С). Хорошо растворим в большинстве органических растворителей. При нормальных условиях стабилен: в 0,I н растворах серной кислоты и щелочи не разлагается в течение 24 часов при 20°С. Байлетон выпускается в форме 5 и 25% смачивающегося порошка. Токсичность: $ЛД_{50}$ для крыс 572 мг/кг. Препарат предназначен для борьбы с мучнистой росой и ржавчиной грибов, кроме того: эффективен против других возбудителей болезней, как, например, Rhynchosporium secalis

Методика определения байлетона в воде методом тонкослойной хроматографии

2.I. Принцип метода

Метод основан на экстракции фунгицида из анализируемой пробы органическим растворителем и хроматографии на пластинке "Силуфол".

2.2. Метрологическая характеристика метода

Диапазон определяемых концентраций - 0,05-20 мг/л.

Предел обнаружения на хроматографии - I мкг, предел обнаружения в воде - 0,0I мг/л.

Анализируемый объект	Экстрагент	Число повторностей	Обнаружено в %	Среднее значение определения в %	Относительное стандартное отклонение, %	Доверительный интервал среднего % при $p=0,95$ и $n=5$ %
Вода	Н-гексан	5	94 64 I00 92 I22	94,4±I2,45	24,89	24,4

2.3. Реактивы и растворы

Ацетон, хч, ГОСТ 2603-79

Бензол, хч, ГОСТ 5955-75

Н-гексан, хч, ТУ-6-09-3375-78

Спирт этиловый, ТУ 6-09-I7I0-77

Натрий сернокислый безводный, ч, ГОСТ 4I66-8I

Стандартный раствор байлетона в этиловом спирте с содержанием 200 мкг/мл. Раствор устойчив в течение 3-х месяцев при хранении на холоде.

Проявляющие реактивы

I. 0,4% ацетоновый раствор бромфенолового синего с 2% раствором азотнокислого серебра в равных объемах. Для осветления фона пластинки после опрыскивания проявителем I готовят осветляющий раствор 2.

2. 2% водный раствор лимонной кислоты (можно уксусной). Лимонная кислота, чда, ГОСТ 3652-74.

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

2.4 Получение химически чистого байлетона. Стандартный раствор содержит 200 мкг/мл.

Из торговой фирмы 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 выпаривают до небольшого объема и оставляют в холодильнике до кристаллизации. Выпавшие кристаллы отфильтровывают, промывают охлажденным этиловым спиртом и высушивают на воздухе, затем растворяют в мерной колбе с притертой пробкой в 100 мл этилового спирта.

Дополнительным критерием степени чистоты препарата служит хроматографическая индивидуальность, при определении которой стандартные растворы, будучи нанесенными на пластинку в количестве 5-10 мкг, не создают посторонних проявлений после хроматографирования.

2.5. Приборы и посуда

Делительные воронки на 300 мл ГОСТ 8613-75, мерные колбы на 100 мл ГОСТ 22524-77, микропипетки ГОСТ 20292-74, колбы грушевидные на 25 мл ГОСТ 10394-72, цилиндры мерные на 5,10,100 мл. Камера для хроматограрования ГОСТ 10565-75 . Хроматографические пластинки "Силуфол" производство ЧССР. Пульверизатор стеклянный для обработки пластинок ГОСТ 10391-74, водяная баня ТУ 64-1-2850-76, электроплитка, аппарат для встряхивания ТУ 64-1-2451-78, колбы конические на 250 мл с притертыми пробками, сушильный шкаф ТУ 64-1-1411-76.

2.6. Отбор, хранение и доставка проб

Отбор проб воды проводится в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов", утвержденных заместителем Главного государственного санитарного врача СССР 21.08.79 г за № 2051-79г. Отобранные пробы хранят в стеклянной или полиэтиленовой таре в сухом и защищенном от света месте не более 2-х суток.

2.7. Проведение определения

Пробу воды (100-200 мл) помещают в колбу с притертой пробкой, добавляют Н-гексан (10-20 мл) и оставляют на ночь или экстрагируют на аппарате для встряхивания в течение 2-х часов. Затем пробу переносят в делительную воронку, добавляют еще 10-20 мл гексана, энергично встряхивают, дают отстояться и отделяют гексан от воды. Объединенный экстракт сушат сульфатом натрия (5-10 г) и упаривают на водяной бане при температуре 35-40°С. Выпаренный осадок растворяют в гексане и проводят хроматографирование. 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 за 30-40 мин. наливают на дно камеры и опускают пластинку. Готовую пластинку оставляют на воздухе для просушки, опрыскивают проявляющим реактивом. Байлетон проявляется, как правило, в виде двух синих пятен на желтом фоне с R_f 1-0,22 и R_f 2-0,56 на пластинке "Силуфол".

2.8. Обработка результатов анализа

Полуколичественное определение проводится путем визуального сравнения интенсивности окраски и размера пятен пробы и стандарт-

ных растворов.

Для определения количественного содержания байлетона в воде используют следующую формулу:

$$X = \frac{A \cdot S_2}{P \cdot S_I}$$, где

X - содержание байлетона в мг/л

A - количество стандартного раствора (в мкг)

S_I - площадь пятна стандартного раствора (в мкг)

S_2 - площадь пятна пробы (в мкг)

P - количество пробы, взятой для анализа (в мл и г).

3. Требования безопасности

Необходимо соблюдать общепринятые правила безопасности при работе с органическими растворителями и токсическими веществами.

Литература

Бажанова Н.В., Аветисян К.В., Папоян Ф.А. Методические указания по определению фунгицида байлетона методом ТХС в почве, корнях, зеленых листьях, плодах томатов и огурцов. Методические указания по определению микроколичеств пестицидов в продуктах питания, кормах и внешней среде. М., 1981, с. 159-165.

Настоящие методические указания разработаны и апробированы Т.Н. Булычевой при изучении влияния байлетона на санитарный режим водоема и при выполнении исследовательских работ по обоснованию ПДК байлетона в воде водоемов на кафедре общей гигиены, Рязанский медицинский институт.

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