

**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
санитарного врача СССР

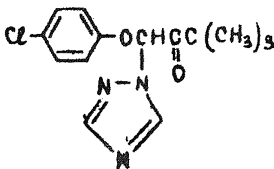
А.И.ЗАИЧЕНКО

" 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-
диметила-1-(1 Н -1,2,4-триазолил-1)-1-(4-хлорофенокси)бутанон-2)
бесцветное кристаллическое вещество, температура плавления 82,3°.
Растворимость в воде при 20°С 0,26 г/кг, в циклогексаноне-
600, изопропанол- 200, дихлорметане- 1200, толуоле -400.
Не разлагается в присутствии 0,1 н. серной кислоты и 0,1 н.
гидроксида натрия в течение 24 ч при 20°С.

Выпускается в виде 5 - 25%-ного сульфидируемого порошка и
10%-ного концентрата эмульсии. Давление пара менее 10⁻⁶
при 20°С и около 2·10⁻⁵ при 40°С. Среднетоксичный пестицид.
LD₅₀ для крысы (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/м³.
4. Диапазон измеряемых концентраций от 0,003 - 20,0 мг/м³.
5. Определению могут мешать фосфорорганические соединения, имеющие близкое значение α_f (рогор и др.).
6. Граница суммарной погрешности измерения $\pm 15,54\%$
7. ПДК в воздухе рабочей зоны 0,5 мг/м³.

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

1. 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°C 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-I-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 "Силуфл" производства ЧССР.

Пульверизатор стеклянный для обработки пластинок ГОСТ 10391-74

Весы аналитические

Фильтры АФА-ВП-10.

IV. 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. Приготавливают 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 вычисляется методом наложения кальки на миллиметровую бумагу.

Концентрация триадицефона (X) в воздухе в мг/м³ вычисляют по формуле:

$$X = \frac{C_{ст} \cdot S_{пр} \cdot V_1}{S_{ст} \cdot V \cdot V_{20}}$$

где: $C_{ст}$ - количество вещества в стандартном растворе, мкг;
 $S_{ст}$ - площадь пятна на хроматограмме стандарта, мм²;
 $S_{пр}$ - площадь пятна на хроматограмме пробы, мм²;
 V_1 - общий объем пробы, мл;
 V - хроматографируемый объем пробы, мл;
 V_{20} - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стан-

дартным условиям, л.

УІ. 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 (№2455-8І, 20.І0.8І г.).

УП. Разработчики

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

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 сульфидифоса 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 хлорала в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4022-85 298
48. Временные методические указания по фотометрическому и хроматографическому измерению концентраций микала 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