

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 ВНЕЙШНЯЯ СРЕДОВИШТЕ

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 ИМШиТИ им.Маршаковского Е.И. и Лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

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

"УТВЕРЖДАЮ"

Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР

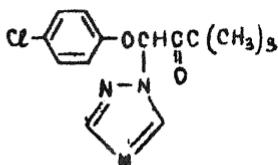
А.И.ЗАИЧЕНКО

"22" мая 1985 г.

№ 3893-85

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

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



М.м. 293,7

Триадимефон, синоним - байлетон (действующее начало 3,3-диметил-1-(1H-1,2,4-триазолил-1)-1-(4-хлорофеноксигруппы)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- 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 смачивающегося порошка и 10%-ного концентратата эмульсии. Давление пара менее 10^{-6} при 20°С и около $2 \cdot 10^{-5}$ при 40°С. Среднетоксичный пестицид. LD_{50} для крыс (perorально) 572 мг/кг.

Препарат предназначен для борьбы с болезнями пшеницы, яблони, егурцов, 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 белом фоне после опрыскивания бромфеноловым реагентом с азотнокислым серебром, а затем раствором лимонной кислоты.

2. Предел обнаружения на хроматограмме - 1 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 (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 байлотона 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 пластиинки 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 64-1-862-77.

Микропипетки ГОСТ 20292-74.

Колбы грушевидные ёмкостью 25 мл ГОСТ 10394-72.

Цилиндры мерные на 10 мл – ГОСТ 1770-74.

Палочки стеклянные

Камера для хроматографирования ГОСТ 10565-75.

Хроматографические пластиинки типа "Силуфол" производства ЧССР.

Пульверизатор стеклянный для обработки пластиинок 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. 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 реагентом. Байлетон проявляется, как правило, в виде двух симметричных пятен на желтом фоне пластины $R_f 1 = 0,22$; $R_f 2 = 0,56$ 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.

Концентрация триадицифона (Х) в воздухе в $\text{мг}/\text{м}^3$ вычисляют по формуле:

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

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

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

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

ОГЛАВЛЕНИЕ

стр.

Фосфорорганические пестициды

1. Временные методические указания по определению актэллика и базудина в чае с помощью тонкослойной и газожидкостной хроматографии	22 мая 1985 г. №3888-85	3
2. Временные методические указания по определению актэллика в биологическом материале хроматографи- ческими 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	19
4. Методические указания по определению примидида в растительном материале и в почве с помощью тонкослойной и газожидкостной хроматографии	21 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 количество <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 <u>блазера</u> 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 <u>дилора</u> в меде методом тонкослойной хроматографии	22 мая 1985 г. №3884-85	51
9. Временные методические указания по хроматографическому определению <u>ДЦ</u> в воде	22 мая 1985 г. №3876-85	57
10. Временные методические указания по определению <u>модауна</u> в воде и почве газожидкостной хроматографией	21 ноября 1985 г. №4030-85	60
11. Методические указания по определению <u>тиодана</u> 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 <u>аналога ивенильного гормона</u> <u>п-хлорбензилового эфира гераниола</u> в зерне пшеницы, почве, воде и зеленых листьях	12 апреля 1985 г. №3254-85	81

стр.

14. Временные методические указания по определению остаточных количеств <u>фюзилада</u> в свекле методом газожидкостной хроматографии	22 мая 1985 г. №3875-85	88
15. Временные методические указания по определению регулятора роста растений <u>ЭБ-5</u> 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 (<u>α</u> -изомера ГХГ, <u>γ</u> -изомера ГХГ, гептахлора, алльдрина, кельтана, ДДЭ, ДДД, ДДТ) в воде хроматографическими методами при совместном присутствии	1 июля 1986 г. №4120-86	99
<u>Азотсодержащие пестициды</u>		
17. Временные методические указания по определению <u>ацетала</u> в воде, почве, картофеле, зерне и зеленой массе кукурузы и сои методами ГХХ и ТСХ	21 ноября 1985 г. №4029-85	113
18. Методические указания по определению <u>дифенамила</u> в воде в воде методом тонкослойной хроматографии	21 ноября 1985 г. №4033-85	123
19. Методические указания по определению карахола и его метаболита бензоилпропицислоты в почве методом газожидкостной хроматографии	31 июля 1984 г. №3072-84	127

отр.

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 раундала 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-

	стр.
ной хроматографии	360
3 января 1985 г. № 3190-85	179
28. Методические указания по определению <u>триадимина-фона</u> (байлетона) методом ТСХ в воде	184
22 мая 1985 г. № 3892-85	184
29. Методические указания по определению <u>фенмедифамина</u> и <u>десмедифамина</u> в воде природных водоемов ТСХ	189
21 ноября 1985 г. № 4036-85	189
<u>Прочие пестициды</u>	
30. Временные методические указания по определению остаточных количеств <u>арилона</u> по бензолсульфонамиду в зернах хлопка, почве и воде тонкослойной хроматографией	196
21 ноября 1985 г. № 4057-85	196
31. Методические указания по определению <u>гидразида малеиновой кислоты</u> в табаке колориметрическим методом	204
12 апреля 1985 г. № 3251-85	204
32. Методические указания по определению <u>диметилсульфоксида</u> и его метаболита <u>диметилсульфона</u> методом газожидкостной хроматографии в сахарной свекле, картофеле и зеленой массе	211
28 мая 1986 г. № 4119-86	211
33. Временные методические указания по определению остаточных количеств препарата <u>320-К</u> в зерне и воде тонкослойной хроматографией	217
22 мая 1985 г. № 3890-85	217
34. Временные методические указания по определению <u>ДРХ-4189 (ГДИН)</u> в воде, почве, растительном материале методом газожидкостной хроматографии	225
22 мая 1985 г. № 3865-85	225

Методические указания по определению пастинидов в воздухе

35. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций ацетала и его продукта II-хлорметил-2-метил-6-этилхлорацетанила в воздухе рабочей зоны 21 ноября 1985 г. №4027-85 230
36. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций препартивной формы АИГ-80А-84 в воздухе рабочей зоны 21 ноября 1985 г. №4025-85 235
37. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций смеси геранилкетеноат и геранилоктаноата в воздухе рабочей зоны 21 ноября 1985 г. №4024-85 239
38. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентрации геранилизовалериата 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 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 изина в воздухе рабочей зоны 1 июля 1986 г. №4127-86 275
44. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций ленацита в воздухе рабочей зоны 1 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 лонтреза в воздухе рабочей зоны 21 ноября 1985 г. №4016-85 288
47. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций метоксихлора, анизола и хлорал в воздухе рабочей зоны 21 ноября 1985 г. №4022-85 298
48. Временные методические указания по фотометрическому и хроматографическому измерению концентраций никала 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 ромуница 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 бензоказолона и 3-оксиметил-6-хлорбензоказолона 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

Л-39603 от 12.02.88. Зак. 1327. Тир. 2000 экз. Объем 23 п. л.
Формат 60×84/16 Ротапринт

Москва. Типография ВАСХНИЛ