

**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 ВНЕЙШНей 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 бионпрепаратов 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"

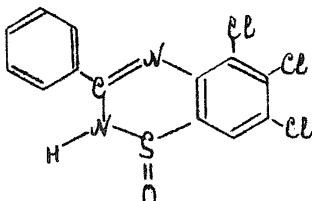
Заместитель Главного Государственного санитарного врача СССР

А. И. ЗАИЧЕНКО

"I" июня 1986 г.
№ 4126-86

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ
РЕСИНА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Ресин-5,6,7-трихлор-3-фенил-2Н-1,2,4-бензотиадиазиноксид-І



Эмпирическая формула $C_{13}H_7Cl_3N_2O_2S$

Молекулярная масса: 345,64

Химически чистое вещество представляет собой кремоватый порошок без запаха с температурой плавления 225-230°C. Трудно растворяется в хлороформе, ацетонитриле, диметилформамиде. Растворимость в воде, бензоле, эфире (при 20°C) < 0,1%.

Ресин применяется совместно с ТМГД в виде дуста при предпосевной обработке семян сахарной свеклы для повышения полевой всхожести.

I. Характеристика метода

Определение основано на хроматографировании ресина в тонком слое силикагеля и обнаружении зон его локализации после

УФ-облучения и проявления аммиачно-водным раствором азотнокислого серебра.

2. Отбор проб проводится с концентрированием (фильтр "синяя лента").

3. Предел измерения в анализируемой пробе - 1 мкг.
4. Предел измерения в воздухе рабочей зоны - 0,04 мг/м³ (при отборе 25 л воздуха).
5. Диапазон измеряемых концентраций - 0,04-0,4 мг/м³.
6. Определению не мешают соединения, применяемые совместно с ресином и близкие по области применения такие, как ТМТД, гидрол, дигидрол, хлорхолинхлорид, этрол.
7. Граница суммарной погрешности измерения $\pm 17,45\%$; процент обнаружения - 94,26%; стандартное отклонение - 0,42%; относительное стандартное отклонение - 0,45%; доверительный интервал среднего значения процента обнаружения (при $p=0,95$, $n=25$) $\pm 0,18\%$.
8. ОБУВ ресина - 1,4 мг/м³.

II. Реактивы, растворы, материалы

Ресин, х.ч.

Хлороформ, ч.д.а., ГОСТ 20015-74

Серебро азотнокислое, ч.д.а., ГОСТ 1277-75

н-Гексан, х.ч., ТУ 6-09-3375-78

Фильтры бумажные "синяя лента", ТУ 6-09-1678-77

Аммиак, ч.д.а., ГОСТ 3760-79, 25%-ный водный раствор

Ацетон, ч.д.а., ГОСТ 2603-79

Стандартные растворы ресина в хлороформе с содержанием

5, 10, 20, 30, 50, 100, мкг/мл

Произвляющий реагент: 0,85 г азотнокислого серебра помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл и растворяют в нескольких мл дистиллированной воды, прибавляют 2,5 мл концентрированного аммиака. Содержимое колбы перемешивают, доводят уровень раствора до метки дистиллированной водой.

III. Приборы и посуда

Аспирационное устройство, ТУ 64-1-962-77

Фильтродержатель

Ротационный испаритель ИР-ИМ, ТУ-25-II-917-74

Колбы грушевидные для отгонки растворителя на 100 мл, ГОСТ 10394-72

Пластинки для тонкослойной хроматографии "Силуфол" UV - 254

Пипетки на 1, 5, 10 мл, ГОСТ 20292-74
Камера хроматографическая, ГОСТ 10565-75
Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 10391-74
Колбы конические на 100 мл, ГОСТ 10394-72
Механический встрихиватель, ТУ 64-1-2451-72
Колбы мерные на 50, 100 мл, ГОСТ 1770-74
Воронки химические, ГОСТ 8613-75
Микропипетки на 0,1 мл, ГОСТ 20292-74
Ртутно-кварцевая лампа ПРК-4, ТУ 16-536-280-74

IV. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 5 л/мин аспирируют через фильтр "синяя лента", помещенный в фильтродержатель.

Для определения I/2 ОБУВ достаточно отобрать 2 л воздуха.

V. Условия анализа

Фильтры переносят из фильтродержателя в колбу, заливают 20 мл хлороформа и проводят экстракцию в течение 20 минут на механическом встрихивателе. Экстракт сливают в колбу для отгонки растворителя и еще раз повторяют экстракцию 20 мл хлороформа. Фильтр промывают 10 мл хлороформа и присоединяют смыки к основному экстракту. Концентрируют растворитель до 0,5 мл на ротационном испарителе при температуре 60°C и остаток количественно переносят на пластинку. Наносят стандарты.

Пластинку помещают в хроматографическую камеру с смесью гексан-ацетон (1,25:1). После поднятия фронта растворителя на 10-12 см пластинку вынимают, сушат на воздухе и подвергают УФ-облучению в течение 40 минут. Затем обрабатывают аммиачно-водным раствором нитрата серебра и вновь помещают под

УФ-лампу на 10-15 минут. Зоны локализации ресина проявляются в виде темно-коричневых пятен на светло-сером фоне с величиной $R_f = 0,66 \pm 0,02$. Измеряют площади пятен на хроматограмме пробы и того стандарта, где пятно наиболее близко по размерам к пробе.

Концентрацию ресина в воздухе (X) в мг/м³ вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G \cdot S_{np}}{S_{cm} \cdot V_{20}}, \text{ где}$$

G - количество препарата в стандартном растворе мкг;

S_{np} - площадь пятна на хроматограмме пробы, см²;

S_{cm} - площадь пятна на хроматограмме стандарта, см²;

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

II. Требования безопасности

Соблюдать все необходимые требования безопасности при работе в химических лабораториях, а также правила устройства, техники безопасности, производственной санитарии, противосанитарического режима и личной гигиены при работе в лабораториях санитарно-эпидемиологических учреждений системы Минздрава СССР (№ 2455-81, 20.10.81 г.).

III. Разработчики

Геворгян А.А., Бунятян Ю.А. (Филиал ВНИИГИТОКСа, г. Ереван)

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 хроматографическими методами (дополнение к №2085-79)	21 ноября 1985 г. №4038-85	II
3. Методические указания по определению диfosса (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 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 <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 хроматогра- фии	22 мая 1985 г. №3884-85	51
9. Временные методические указания по хроматогра- фическому 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 хромато- графией	21 ноября 1985 г. №4030-85	60
11. Методические указания по определению <u>тиодана</u> и продуктов его превращения в воде хроматогра- фическими 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 ЭБ-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 (<u>α</u> -изомера ГХГР, <u>γ</u> -изомера ГХГР, гептахлора, алльдрина, кельтана, ДДЭ, ДДД, ДДТ)	1 июля 1986 г. №4120-86	99
<u>Азотсодержащие пестициды</u>		
17. Временные методические указания по определению ацетала в воде, почве, картофеле, зерне и зеленой массе кукурузы и сои методами ГЖХ и ТСХ	21 ноября 1985 г. №4029-85	113
18. Методические указания по определению <u>лифенамила</u> в воде в воде методом тонкослойной хроматографии	21 ноября 1985 г. №4033-85	123
19. Методические указания по определению карахола и его метаболита бензоилпропикуслоты 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.
стр.

ной хроматографии		
3 января 1985 г. № 3190-85		179
28. Методические указания по определению триадимина- фона (байлетона) методом ТСХ в воде		
22 мая 1985 г. № 3892-85		184
29. Методические указания по определению фенмедифамина и десмедифамина в воде природных водоемов ТСХ		
21 ноября 1985 г. № 4036-85		189
<u>Прочие пестициды</u>		
30. Временные методические указания по определению оста- точных количеств арилона по бензолсульфонамиду в зер- нах хлопка, почве и воде тонкослойной хроматографией		
21 ноября 1985г. № 4057-85		196
31. Методические указания по определению гидразида мале- иновой кислоты в табаке колориметрическим методом		
12 апреля 1985г. №3251-85		204
32. Методические указания по определению диметилсуль- фоксида и его метаболита диметилсульфона методом газожидкостной хроматографии в сахарной свекле, кар- тофеле 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 <u>ДРХ-4189 (ГЛИН)</u> в воде, почве, растительном мате- риале методом газожидкостной хроматографии		
22 мая 1985г. № 3865-85		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-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 геранилгексаноата и геранилооктаноата 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 ленацула 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 лонтрела 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 ромуцила 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

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