

**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.ЗАЙЧЕНКО

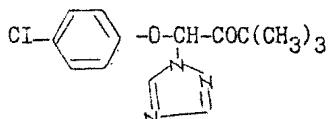
"22" мая 1985 г.

№3892-85

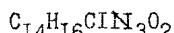
МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ТРИАДИМЕФОНА
(БАЙЛЕТОНА) МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ
В ВОДЕ

I. Краткая характеристика фунгицида
I-(4-хлор-фенокси), 3,3 диметил-I(1н-1,2,4-триазолил-1)-2 бутанон

Структурная формула



Эмпирическая формула



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 0,1 и растворах серной кислоты и щелочи не разлагается в течение 24 часов при 20°С. Байлетон выпускается в форме 5 и 25% смачивающегося порошка. Токсичность: LD₅₀ 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*

' 197

Методика определения байлетона в воде
методом тонкослойной хроматографии

2.1. 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 - 1 мкг, предел обнаружения в воде - 0,01 мг/л.

Анализ: Экстра- Число .Обнару- Среднее :Относит.: Доверит. интервал
рюемый повтор. жено в :значение :стандарт. среднего % при
объект : гент : % :опр. в % :отклон.%: $p=0,95\%$ $n=5$

Вода	Н-гексан	5	94				
			64				
			100	94,4±12,45	24,89		24,4
			92				
			122				

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 6-09-1710-77

Натрий сернокислый безводный, ч, ГОСТ 4166-81

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 пластиинки 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), бензой 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°C 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 хроматографирования ГОСТ 10565-75 . Хроматографические пластиинки "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 притертymi пробками, сушильный шкаф ТУ 64-1-1411-76.

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 реагентом. Байлетон проявляется, как правило, в виде двух синих пятен на желтом фоне. с $\lambda_1 = 0,22$ и $\lambda_2 = 0,56$ на пластинке "Силуфол".

2.8. Обработка результатов анализа

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

мых растворов.

Для определения количественного содержания байлетона в воде используют следующую формулу:

$$X = \frac{A \cdot S_2}{P \cdot S_1} , \text{ где}$$

X - содержание байлетона в мг/л

A - количество стандартного раствора (в мкг)

S₁ - площадь пятна стандартного раствора (в мкг)

S₂ - 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 аprobированы Е.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

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) в воде хроматографическими методами при совместном присутствии	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 десмединамина 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 хлоралы 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