

**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 Государст-
венного санитарного врача СССР

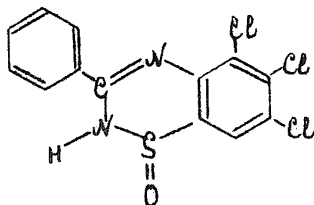
А. И. ЗАЙЧЕНКО

" I " июля 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-I



Эмпирическая формула $C_{13}H_7Cl_3N_2OS$
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 - I 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 ТМГД, гидрел, дигидрел, хлорхолинхлорид, этрел.
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 - I,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

n-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

Проявляющий 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-I-962-77

Фильтродержатель

Ротационный испаритель ИР-1М, 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 встряхиватель, 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 встряхивателе. Экстракт сливают в колбу для отгонки растворителя и еще раз повторяют экстракцию 20 мл хлороформа. Фильтр промывают 10 мл хлороформа и присоединяют смывы к основному экстракту. Концентрируют растворитель до 0,5 мл на ротаационном 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 проявятся 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:

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

G - количество препарата в стандартном растворе мкг;
 S_{np} - площадь пятна на хроматограмме пробы, мм²;
 S_{cm} - площадь пятна на хроматограмме стандарта, мм²;
 V_{20} - объем пробы воздуха, отобранной для анализа и приведенный к стандартным 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.).

УП. Разработчики

Гезерян А.А., Бунятян Ю.А. (филиал ВНИИХИТОКСа, г.Ереван)

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 лентаграма 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 триадиимона (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 арилон по бензолсульфонамиду в зернах хлопка, почве и воде тонкослойной хроматографией
21 ноября 1985г. № 4057-85 196
31. Методические указания по определению гидразид 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