

**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

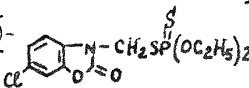

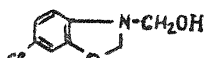
" 21 " ноября 1985 г.

№ 4019-85

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ ФОЗАЛОНА
И ПОЛУПРОДУКТОВ ЕГО ПРОИЗВОДСТВА БЕНЗОКСАЗОЛОНА И
3-ОКСИМЕТИЛ-6-ХЛОРБЕНЗОКСАЗОЛОНА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Таблица I.

Физико-химические свойства веществ

Вещество химическое название	Структурная формула	Молеку- лярная масса	Раствори- мость	Темпера- тура плавления °C
Фозалон 5-(6-хлорбензо- ксазолин-2-ил)- 3-метил-0,0-диэ- тилдитиофосфат		367,8	В воде- 10 мг/л. Хорошо - в ацетоне, спиртах, гексане, хлороформе, бензоле и др.	48
Бензоксазолон		135,0	"-"-"	138-140
3-Оксиметил-6- хлорбензоксазолон		165,0	"-"-"	128-137 с разло- жением

Вещества не летучи, в воздухе могут находиться в виде аэрозоля.

I. Характеристика метода

I.0. Определение основано на хроматографировании фозалона, бензоксазолон и 3-оксиметил-6-хлорбензоксазолон в тонком слое силикагеля (пластинки "Силуфол") с последующим обнаружением зон локализации фозалона бромфеноловым реагентом, бензоксазолон и 3-оксиметил-6-хлорбензоксазолон орто-толидиновым реагентом после хлорирования веществ на пластинке.

2. Отбор проб проводится с концентрированием на пористом фильтре.

3. Предел измерения в анализируемом объеме:

фозалона 0,4 мкг,

бензоксазолон 0,4 мкг,

3-оксиметил-6-хлорбензоксазолон 4 мкг.

4. Предел измерения в воздухе:

фозалона 0,25 мг/м³ (при отборе 160 л воздуха),

бензоксазолон и 3-оксиметил-6-хлорбензоксазолон 0,5 мг/м³ (при отборе 80 л воздуха).

5. Диапазон измеряемых концентраций⁶⁶:

фозалона 0,25-3,13 мг/м³,

бензоксазолон 0,5-4,0 мг/м³,

3-оксиметил-6-хлорбензоксазолон 0,5-6,25 мг/м³.

6. Определению не мешают полупродукты и растворители производства фозалона, в том числе: 0,0-диэтиловый эфир дитиофосфорной кислоты, хлорбензол, хлористый метилен, *o*-нитробензол, *o*-нитрофенол и др.

7. Границы суммарной погрешности для каждого компонента ± 13%.

8. Предельно допустимая концентрация фозалона 0,5 мг/м³, бензоксазолон — 1 мг/м³, 3-оксиметил-6-хлорбензоксазолон не установлена.

II. Реактивы, растворы, материалы

Ацетон, осч, ГОСТ 2603-79.

Хлороформ, чда, ГОСТ 20015-74.

Уксусная кислота, чда, ГОСТ 18270-72, конц. и 3%-ный раствор.

Бромфеноловый синий, чда, ТУ 6-09-1058-76.

AgNO₃, чда, ГОСТ 1277-75.

Проявляющий реагент 1. В 10 мл ацетона растворяют 0,05 г бромфенолового синего и доводят до 100 мл IX-ним раствором AgNO₃ в смеси ацетон: вода (3:1). Проявитель хранят в темноте.

Соляная кислота, ч, ГОСТ 3118-77.

KMnO₄, чда, ГОСТ 20490-75.

o-Толлидин, ч

KJ, чда, ГОСТ 4232-74.

Проявляющий реагент 2. Растворяют в 30 мл уксусной кислоты 0,16 г *o*-толлидина, доводят до 500 мл дистиллированной водой и добавляют 1 г KJ. Проявитель хранят в темноте.

Стандартные растворы фозалона и бензоксазолон с содержанием 100 мкг и 3-оксиметил-6-хлорбензоксазолон с содержанием 1000 мкг/мл в ацетоне.

Стандартные растворы фозалона и бензоксазолоната готовят растворением 10 мг вещества в мерных колбах на 100 мл в ацетоне, а 3-оксиметил-6-хлорбензоксазолоната 0,1 г - в тех же условиях. Стандартные растворы стабильны при хранении в холодильнике в течение 6 месяцев.

III. Приборы и посуда

Аспирационное устройство, ТУ 64-1-86 2-77.

Стеклённые пористые фильтры, ЛХУ-1, пор 160, диаметром 5 см.

Камера хроматографическая с притертой крышкой., ГОСТ 10565-75.

Камера для хлорирования с притертой крышкой.

Источник УФ света широкого диапазона волн.

Мерные колбы, ГОСТ 1770-74, на 100 мл.

Пробирки градуированные, ГОСТ 1770-74 с пробками на шпайках, на 10 мл.

Пипетки, ГОСТ 1770-74 на 1 и 10 мл.

Микрошприц на 0,1 мл или микропипетка на 0,1 мл.

Пульверизаторы стеклённые, ГОСТ 10391-74.

Мерные цилиндры, ГОСТ 1770-74, на 100 мл.

IV. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 10 м/мин аспирируют через стеклённый пористый фильтр. Для определения 1/2 ПДК фозалона достаточно отобрать 160 л, а 1/2 ПДК бензоксазолоната - 80 л воздуха. Пробы, отобранные на фильтр, длительному хранению не подлежат и должны быть проанализированы в течение трех суток.

V. Условия анализа

С пористого фильтра вещества смывают 10 мл ацетона в пробирку, емкостью 10 мл. Доводят содержимое пробирки до метки (10 мл) ацетоном. Пробирку закрывают пробкой на шпайке, и ее содержимое перемешивают. Аликвотную часть раствора 0,1 мл для фозалона и бензоксазолоната и 1 мл для 3-оксиметил-6-хлорбензоксазолоната при помощи микрошприца или микропипетки наносят на хроматографическую пластинку силикагеля. Параллельно на пластинку наносят с помощью микрошприца или микропипетки серию стандартов с содержанием 0,4; 0,6; 0,8; 1; 2; ... 5 мкг при определении фозалона или бензоксазолоната и 4, 6, 8, 10, 20, ... 50 мкг - при определении 3-оксиметил-6-хлорбензоксазолоната. Серии стандартов готовят согласно таблице 2 и таблице 3.

Таблица 2

Шкала стандартов фозалона и бензоксазолана

№ стандарта	1	2	3	4	5	...	6
Стандартный раствор фозалона или бензоксазолана, содержащий 100 мкг/мл.	0,4	0,6	0,8	1,0	2,0	...	5,0
Ацетон мл	9,6	9,4	9,2	9	8		5
Содержание фозалона или бензоксазолана в 0,1 мл, мкг	0,4	0,6	0,8	1	2	...	5

Таблица 3

Шкала стандартов 3-оксиметил-6-хлорбензоксазолана

№ стандарта	1	2	3	4	5	...	6
Стандартный раствор 3-оксиметил-6-хлорбензоксазолана, содержащий 1000 мкг/мл	0,4	0,6	0,8	1	2	...	6
Ацетон	9,6	9,4	9,2	9	8	...	5
Содержание 3-оксиметил-6-хлорбензоксазолана в 0,1 мл, мкг	4	6	8	10	20	...	50

При определении фозалона пластинку помещают в хроматографическую камеру, в которую за 30 мин до начала хроматографирования был налит подвижный растворитель бензол. После высушивания хроматограмму сначала обрабатывают из пульверизатора бромфеноловым проявляющим реагентом I_2 , а затем, для снятия фона, - 5%-ным раствором уксусной кислоты. Фозалон на хроматограммах проявляется в виде голубых пятен на лимонно-желтом фоне с $R_f 0,5 \pm 0,05$. Пятна стабильны в течении 8-10 мин. Линейность детектирования 0,4-5 мкг.

При определении бензоксазолана и 3-оксиметил-6-хлорбензоксазолана, пластинку помещают в камеру, в которую за 30 мин до начала хроматографирования налит подвижный растворитель хлороформ:уксусная кислота (20:1). После разветки пластинку сразу же помещают в камеру для хлорирования и выдерживают там пластинку 5-10 мин. Хлорирующую камеру готовят ежедневно,

для чего в камеру помещают чашку Петри с 10 г марганцевокислого калия и осторожно приливают 10 мл конц. соляной кислоты. После хлорирования пластинку извлекают из камеры и выдерживают на воздухе до полного улетучивания следов хлора (примерно 20-30 мин). Опрыскивают из пульверизатора орто-толидиновым проявляющим реагентом (№2) и сразу же влажную помещают под УФ-свет на 10-20 с.

Бензоксазолон и 3-оксиметил-6-хлорбензоксазолон проявляются в виде темно-серых пятен на белом фоне с $R_f = 0,50 \pm 0,05$ и $0,40 \pm 0,02$ соответственно. Хроматограммы стабильны в течение 10 мин, а затем фон темнеет. Линейность детектирования бензоксазолон 0,4-4 мкг, 3-оксиметил-6-хлорбензоксазолон 4-50 мкг.

Количественное определение проводят путем сравнения площади и интенсивности окраски пятен пробы и стандартных растворов.

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

$$X = \frac{G \cdot V_I}{V \cdot V_{20}}$$

где: G - количество вещества, найденное в анализируемой пробе, мкг;
 V_I - общий объем пробы, мл;
 V - хроматографируемый объем пробы; мл;
 V_{20} - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

У1. 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).

УП. Разработчики

Мельцер Ф.Р., Нозикова К.Ф. (ВНИИ химических средств защиты растений с опытным заводом, г.Москва).

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 триадииме-
фона (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 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
ДРХ-4189 (ГЛИН) в воде, почве, растительном мате-
риале 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 хлораля 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 ромупида 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