

**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 I7-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 ИМПитМ им.Маршановского Б.И. и Лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

Л.Г.Александрова, Д.Б.Гиренко, А.А.Килинина (зам.председателя), М.А.Клисенко (председатель), Г.И.Короткова, И.В.Письменная, Г.А.Хохолькова, В.Е.Кривенчук.

"УТВЕРЖДАЮ"

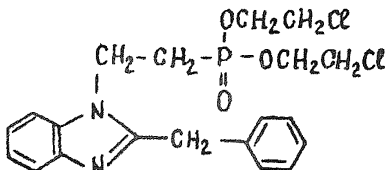
Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР

А.И.ЗАМЧЕНКО

" 21 " ноября 1985 г.

№ 4023-85

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ ПРЕПАРАТА
ЭБФ-5 В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



ЭБФ-5, действующее начало ди-(β-хлорэтил)-β-[1-(2-бензил-бензимидазолил)] этилфосфонат. Химически чистый препарат представляет собой белое кристаллическое вещество, температура плавления 179-181°C. Хорошо растворим в ацетоне, этаноле, хлороформе, тетрагидрофуране, диметилоульфоксиде и малорастворим в воде.

Лабораторный образец гигроскопичен и, кроме основного продукта (97%), содержит воду (1,1%), исходное вещество 2-бензил-бензимидазол (0,3%), продукты дегидрохлорирования винифоса и целевого продукта (1,6%).

Стабилен при обычных условиях хранения.

ЭБФ-5

рекомендован для применения в качестве эффективного регулятора роста растений на посевах томатов, моркови, свеклы и других овощей. Препарат практически нелетуч. Применяется в концентрациях 1-10 мг/л. При применении может находиться в воздухе в виде аэрозоля.

I. Характеристика метода

1. Определение основано на образовании экстрагируемого ионного ассоциата эозина Н с ЭБФ-5 и последующем фотометрировании его при длине волны 540 нм.
2. Отбор проб проводится с концентрированием (фильтры бумажные "синяя лента", предварительно промытые смесью хлороформ - диэтиловый эфир (1:1) и высушенные).
3. Предел измерения в колориметрируемом объеме (7мл) - 5 мкг.
4. Предел измерения в воздухе $0,07 \text{ мг/м}^3$ (при отборе 70 л воздуха).
5. Диапазон измеряемых концентраций $0,071 - 0,5 \text{ мг/м}^3$.
6. Определению ЭБФ-5 мешают близкие по области применения иные регуляторы роста растений - гидрел, дигидрел.
7. Среднее значение определения стандартных количеств ЭБФ-5 - 93,35% при $p=25$, стандартное отклонение - 1,136; относительное стандартное отклонение 1,22%; доверительный интервал среднего при $p=0,95$ и $p=25$ - $\pm 0,47$; граница суммарной погрешности измерения $\pm 15\%$.
8. ОБУВ ЭБФ-5 1 мг/м^3 .

II. Реактивы, растворы, материалы

ЭБФ-5, х.ч.

Хлороформ, х.ч. ГОСТ 215-74

Натрий тетраборнокислый, х.ч., ГОСТ 4199-76, 0,05М водный раствор

Соляная кислота, х.ч. ГОСТ 3118-77, 0,1 н водный раствор

Эозин Н, индикатор, ч.д.а., ТУ 6-09-183-70, 1% в буферном растворе (рН 8,01)

Натр едкий, ч.д.а., ГОСТ 4328-77, 5% водный раствор

Кальций хлористый плавленый (гидрофилит), ч. ГОСТ 3460-77

1,2-Дихлорэтан, очищенный. Для очистки промывают дихлорэтан 5% водным раствором натра едкого, затем дистиллированной водой до нейтральной реакции. Промытый дихлорэтан сушат хлористым кальцием и перегоняют. Хранят очищенный дихлорэтан в темной склянке в течение 10 дней.

Стандартный раствор ЭБФ-5 в хлороформе с содержанием 100 мкг/мл,

готовят из х.ч. вещества

Буферный раствор (рН 8,01): 56 мл 0,05 М водного раствора тетраборнокислого натрия доводят до 100 мл 0,1 н водным раствором соляной кислоты

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

III. Приборы и посуда

Спектрофотометр СБ-26-01

Аспирационное устройство, ТУ 64-I-86 2-77

Фильтродержатель

Прибор для отгонки растворителя, ТУ 25-II-917-74

Колбы конические на 250 мл ГОСТ 10394-72

Цилиндры мерные на 50, 100 мл, ГОСТ 1770-74

Колбы круглодонные на 100 мл, ГОСТ 10394-72

Пипетки на 1, 5, 10 мл., ГОСТ 1770-74

Колбы мерные на 25, 100 мл, ГОСТ 1770-74

Стаканы химические на 50, 100 мл ГОСТ 10394-72

Воронки лабораторные ГОСТ 8613-76

Аппарат для встряхивания жидкости в лабораторной посуде
ТУ 64-I-1081-73

Воронки делительные на 50, 1000 мл, ГОСТ 8613-76

Пробирки на 10 мл, ГОСТ 10615-76

IV. Условия отбора проб воздуха

Исследуемый воздух со скоростью 7 л/мин аспирируют через бумажный фильтр "синяя лента". Для чувствительного определения препарата необходимо отобрать 70 л воздуха. Для определения I/2 ОБУВ достаточно отобрать 10 л воздуха.

V. Условия анализа

Фильтр переносят в коническую колбу на 250 мл и извлекают препарат экстракцией (3х15 мл) хлороформом. Собранные экстракты

выпаривают на роторном испарителе досуха. Сухой остаток растворяют в 3 мл дихлорэтана и переносят в делительную воронку на 50 мл, споласкивают колбу еще дважды по 2 мл дихлорэтана и сливают туда же. Затем добавляют 1 мл 1% раствора эозина и 6 мл буферного раствора с $pH=8,01$. Содержимое делительной воронки медленно встряхивают 2 мин во избежание образования эмульсии. После расслаивания водной и органической фаз, дихлорэтановый экстракт отделяют и измеряют его оптическую плотность на спектрофотометре при длине волны 540 нм.

Содержание ЗБЭ-5 в анализируемой пробе находят по предварительно построенному градуировочному графику (табл. I.)

Таблица I.

Шкала стандартов для построения Градуировочной кривой

| Компоненты градуировоч- ных раство- ров и их объемы | Номера градуировочных растворов | | | | | | | |
|---|---------------------------------|------|------|------|------|------|------|------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 |
| Стандартный раствор ЗБЭ-5 100мкг/мл, мл | 0 | 0,05 | 0,10 | 0,15 | 0,20 | 0,25 | 0,30 | 0,35 |
| растворитель упаривают досуха | | | | | | | | |
| Буферный рас- твор ($pH=8,01$) мл | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 |
| Эозин Н, 1% раствор, мл | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 |
| 1,2-Дихлор- этан, мл | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 |
| Содержание ЗБЭ-5 в фото- метрируемом объеме, мкг | 0 | 5 | 10 | 15 | 20 | 25 | 30 | 35 |

Измеряют оптическую плотность окрашенных в розовый цвет растворов и строят график, откладывая по оси абсцисс содержание ЗВ-6 в фотометрируемом объеме (7мл), а по оси ординат значения оптической плотности.

Концентрацию ЗВ-6 (X) в воздухе в мг/м³ вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G}{V_{20}}, \text{ где}$$

G - количество препарата в анализируемой пробе, найденное по графику, мкг;

V₂₀ - объем воздуха, отобранный 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, противоэпидемиологического режима и личной гигиены при работе в лабораториях санитарно-эпидемиологических учреждений системы Минздрава СССР (№ 2455-81, 20.10.81 г.).

УП. Разработчики

Бунятян Д.А., Геворгиян А.А., Оганесян Г.О. (Филиал ВНИИГИНТОКСа, г.Ереван), Мусегян Л.Г. (Ереванский государственный университет, г.Ереван).

ОГЛАВЛЕНИЕ

стр.

Фосфорорганические пестициды

- I. Временные методические указания по определению
актеллика и базудина 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 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 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 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 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 III в воде
22 мая 1985 г. №3676-85 57
10. Временные методические указания по определению модауна в воде и почве газожижкостной 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 газожижкостной 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.

- I4. Временные методические указания по определению остаточных количеств физзилада в свекле методом газожидкостной хроматографии
22 мая 1985 г. №3875-85 88
- I5. Временные методические указания по определению регулятора роста растений ЭБЭ-5 в воде, растительном материале методом ТСХ
21 ноября 1985 г. №4031-85 93
- I6. Методические указания по определению остаточных количеств хлорорганических пестицидов и продуктов их разложения (α-изомера ГХП, γ-изомера ГХП, гептахлора, альдрина, кельтана, ДДЭ, ДДД, ДДТ) в воде хроматографическими методами при совместном присутствии
1 июля 1986 г. №4120-86 99
- Азотсодержащие пестициды
- I7. 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. №4029-85 113
- I8. Методические указания по определению дифенамида в воде в воде методом тонкослойной хроматографии
21 ноября 1985 г. №4033-85 123
- I9. Методические указания по определению карахол и его метаболита бензоилпропикислоты в почве методом газожидкостной хроматографии
31 июля 1984 г. №3072-84 127

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 ГХХ 22 мая 1985 г. №3894-85 I67
26. Временные методические указания по определению стомпа методом ГХХ в табаке
12 апреля 1985 г. №3252-85 I71
27. Методические указания по определению тилта в растениях, почве, воде методом газожидкост-

ной хроматографии

3 января 1985 г. № 3190-85

179

28. Методические указания по определению триади-
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 геранилциссеноата 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 метоксифлора, 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