

**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

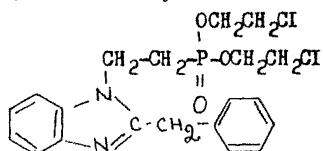
"2" ноября 1985 г.

№4031-85

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ РЕГУЛЯТОРА
РОСТА РАСТЕНИЙ ЭБФ-5 В ВОДЕ, РАСТИТЕЛЬНОМ МАТЕРИАЛЕ
МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

I. Краткая характеристика препарата

ЭБФ-5 - ди(β -хлорэтил)- β -[I-(2-бензилбензимидазолил)]-
этилфосфат



Эмпирическая формула $\text{C}_{20}\text{H}_{23}\text{Cl}_2\text{N}_2\text{O}_3\text{P}$

Молекулярная масса 441,1

Химически чистый препарат представляет собой белое кристаллическое вещество с точкой плавления 179-181°C, хорошо растворимое в ацетоне, этаноле, хлороформе, тетрагидрофуране, диметилсульфоксиде и малорастворимое в воде.

Лабораторный образец гигроскопичен и кроме основного продукта (97%) содержит небольшое количество воды (1,1%), исходного 2-бензилбензимидазола (0,3%) и продуктов дегидрохлорирования винифоса и целяевого продукта (1,6%).

ЭВФ-5

рекомендуется для применения в качестве эффективного регулятора роста растений на посевах моркови, свеклы, томатов, огурцов.

2. Методика определения ЭВФ-5 в воде, растительном материале

Метод основан на извлечении ЭВФ-5 из пробы хлороформом, очистке экстракта в кислой среде, реэкстракции препарата в щелочной среде и хроматографировании в тонком слое силикагеля. Для дополнительной очистки применяют ступенчатую хроматографию. Первой подвижной фазой служит бензол, второй - смесь бензол-акетон (1:1). Зоны локализации ЭВФ-5 обнаружаются в виде ярко розовых пятен после обработки пластиинки 0,2% водным раствором эозина. Пределы обнаружения составляют 0,02 - 0,15 мг/кг(л). Аналитическая открытиемость 93,1 - 85,6%.

2.1.2. Метрологическая характеристика методики

(при $n = 5$, $p = 0,95$)

Метрологические параметры

| Анализируемый объект | Предел обнаружения, мг/кг (л) | Диапазон определения, мг/кг (л) | Среднее значение концентраций, % об. при $n=5$ | Стандартное отклонение, S | Стандартное отклонение, s | Доверительное отклонение, S_z , % | Относительная погрешность, \bar{s} , % |
|----------------------|-------------------------------|---------------------------------|--|-----------------------------|-----------------------------|-------------------------------------|--|
| Вода | 0,02 | 0,02-3,3 | 93,1 | 1,13 | $\pm 2,37$ | 1,21 | |
| Томаты | 0,15 | 0,15-1,5 | 87,2 | 1,95 | $\pm 5,44$ | 2,23 | |
| Огурцы | 0,15 | 0,15-1,5 | 88,0 | 0,88 | $\pm 2,47$ | 1,00 | |
| Свекла | 0,15 | 0,15-1,5 | 85,6 | 1,93 | $\pm 5,37$ | 2,25 | |
| Морковь | 0,15 | 0,15-1,5 | 86,0 | 0,63 | $\pm 1,75$ | 0,73 | |

2.1.3. Избирательность метода

В предлагаемых условиях метод специфичен в присутствии ХОП, а также близких по области применения таких регуляторов роста растений как гидрел, дигидрел, кампозан, ГМК, ДЖК.

2.2. Реактивы и материалы

Хлороформ, х.ч. ГОСТ 215-74
н-Гексан, х.ч. ТУ 6-09-3375-78
Бензол, х.ч. ГОСТ 5955-75
Ацетон, ч.д.а., ГОСТ 2603-79
Натрий сернокислый безводный, ч.д.а. ГОСТ 4166-76
Азотнокисловое серебро, х.ч., ГОСТ 1277-75
Аммиак водный, ч.д.а., ГОСТ 3760-79
Соляная кислота, х.ч., ГОСТ 3118-77, 0,5н водный раствор
Натр едкий, х.ч., ГОСТ 4328-77, 20% водный раствор
Эозин Н индикатор, ч.д.а. ТУ 6-09-183-70, 0,1% водный раствор
Пластинки "Силуфол" UV- 254 (ЧССР)
Фильтры бумажные "синяя лента" ТУ 6-09-1678-77
Стандартный раствор ЭБФ-5 в хлороформе с содержанием 100мкг/мл.

2.3. Приборы, аппаратура, посуда

Ртутно-кварцевая лампа ПРК-2 или ПРК-4 ТУ 16-535-280-74

Аппарат для встравливания жидкости в лабораторной посуде, ТУ 64-1-1081-73

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

Водоструйный вакуумный насос, стеклянный ГОСТ 10696-75

Колба круглодонная короткогорлая со шлифом ГОСТ 10394-72

Воронки делительные на 100 мл ГОСТ 8613-75

Воронки химические ГОСТ 8613-75

Колбы конические на 250 мл ГОСТ 10394-72

Колбы мерные на 100 мл ГОСТ 1770-74

Пипетки на 1, 5, 10 мл ГОСТ 20292-74

Микропипетки на 0,1 мл ГОСТ 20292-74

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 10391-74

Камера для хроматографирования, ГОСТ 10565-75

Камера для опрыскивания, ТУ 25-И-430-70

2.4. Подготовка к определению

2.4.1. Проявляющий реагент - аммиакат серебра.

0,85 г азотнокислого серебра помещают в мерную колбу на 100 мл и растворяют в нескольких мл дважды дистиллированной воды, прибавляют 2,5 мл концентрированного аммиака. Содержимое колбы перемешивают, доводят уровень раствора до метки дистиллированной водой. Хранят раствор в темной склянке не более 3-х месяцев.

2.4.2. Проявляющий реагент - 0,1% раствор эозина.

0,1 г эозина растворяют в 100 мл дистиллированной воды. Хранят раствор не более 3-х месяцев.

2.5. Отбор проб

Отбор проб производится в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов" (МЗ СССР, ГСЭУ, Москва, 1980 г., № 2051-79 от 21.08.1979г.).

Отобранные пробы хранить в стеклянной или полиэтиленовой таре в сухом и защищенном от света месте.

2.6. Проведение определения

2.6.1. Экстракция и очистка

Вода. 100 мл воды помещают в делительную воронку и экстрагируют АВ-б хлороформом трижды порциями по 50 мл. Объединенные экстракти высушивают безводным сернокислым натрием и отгоняют растворитель на ротационном испарителе при температуре 55-60⁰С. Остаток количественно наносят на хроматографическую пластинку.

Растительный материал (томаты, огурцы, свекла, морковь). 20 г измельченной пробы экстрагируют хлороформом на аппарате для выстрагивания в течение 1 часа. Экстракт отфильтровывают через бумажный фильтр. Пробы трижды промывают хлороформом. Растворитель

отгоняют на ротационном испарителе досуха при температуре 55–60⁰С. К сухому остатку прибавляют 10–15 мл 0,5 н соляной кислоты, тщательно ополаскивают колбу и переносят в делительную воронку. Колбу еще 2 раза промывают 10–15 мл 0,5 н соляной кислоты. Объединенный кислотный экстракт промывают дважды по 15–20 мл гексана. Гексановые экстракты отбрасывают, а раствор кислоты подщелачивают 20% раствором едкого натра до pH=8–9 и экстрагируют ЭБФ-5 хлороформом трижды по 15–20 мл. Объединенный экстракт проводят через воронку с безводным сернокислым натрием, растворитель отгоняют при температуре 55–60⁰С, остаток наносят на пластинку.

2.6.2. Хроматографирование

После отгонки растворителя пробы с помощью хлороформа количественно наносят на пластинки "Силуфол" на расстоянии 1 см от нижнего края пластинки (размеры пластинки 15x15 см). Хроматографирование проводят восходящим способом. Сначала хроматографируют в бензole. При этом ЭБФ-5 остается на старте, а примеси, содержащиеся в пробе, продвигаются вверх. После подсушивания пластинки на воздухе проводят вторичное хроматографирование в смеси бензол-ацетон (1:1). После хроматографирования пластинку высушивают и опрыскивают проявляющим реагентом 0,1% раствором эозина. Зоны локализации препарата обнаружаются в виде темно-розовых пятен с величиной $R_f = 0,6 \pm 0,01$.

Альтернативные условия хроматографирования: подвижная фаза гексан-ацетон (10:7), проявитель – водный раствор аммиаката серебра. Пластинку до и после обработки проявляющим реагентом подвергают УФ-облучению в течение 1 часа до обработки и 5–10 минут после обработки. В этих условиях ЭБФ-5 проявляется в виде бурых пятен на светло-сером фоне с величиной $R_f = 0,45 \pm 0,01$.

2.7. Обработка результатов анализа

Количественная оценка проводится путем сравнения площадей и интенсивности окраски пятен проб и стандартного раствора.

Содержание ЭБФ-5 в анализируемой пробе определяют по следующей формуле:

$$X = \frac{A}{P}, \text{ где}$$

Х - содержание ЭБУ-5 в исследуемой пробе, мг/л или мг/кг;
А - количество ЭБУ-5, найденное путем сравнения со стандартами,
мкг;
Р - масса или объем исследуемой пробы, г или л.

3. Требования техники безопасности

При работе с ЭБУ-5 необходимо выполнять все требования техники безопасности необходимые при работе с ядовитыми и легковоспламеняющимися веществами.

4. Разработчики:

1. Бунятян Юрий Андрапникович - филиал ВНИИГИТОКС-а, г.Ереван
2. Петросян Маргарита Суреновна - филиал ВНИИГИТОКС-а, г.Ереван
3. Джагацпашян Сусанна Арутюновна - филиал ВНИИГИТОКС-а, 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) 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 ленапиля 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 лонтреля 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 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