

**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.

"УТВЕРЖАЮ"

Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР

А.И. ЗАЙЧЕНКО

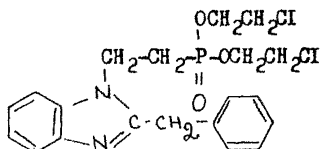
"21" ноября 1985 г.

№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 - [1-(2-бензилбензимидазолил)] -
этилфосфонат



Эмпирическая формула $C_{20}H_{23}Cl_2N_2O_3P$

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 целевого 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-ацетон (1:1). Зоны локализации ЭВФ-5 обнаруживаются в виде ярко розовых пятен после обработки пластинки 0,2% водным раствором еозина. Пределы обнаружения составляют 0,02 - 0,15 мг/кг(л). Аналитическая от-
крываемость 93,1 - 85,6%.

2.1.2. Метрологическая характеристика методики (при $n = 5$, $p = 0,95$)

| Анализи- руемый объект | Метрологические параметры | | | | | |
|------------------------------|---|--|---|--|--|---|
| | Предел обнару- жения, мг/кг (л) | Диапазон: определя- емых кон- центраций мг/кг(л) | Среднее: значен- % об- нару- жения при $n=5$ | Стандарт- ное отк- лонение, : | Довери- тельный интер- вал средне- го ре- зультата | Относитель- ное стандарт- ное отклонение S_2 , % |
| 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, ДЯК.

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
Азотнокислов 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 ЗВФ-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 встряхивания жидкости в лабораторной посуде, ТУ 64-1-1081-73
Прибор для отгонки растворителя ТУ 25-11-917-74
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
Пулверизатор стеклянный, ГОСТ 10391-74

Камера для хроматографирования, ГОСТ 10565-75

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

2.4. Подготовка к определению

2.4.1. Проявляющий реактив - 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 реактив - 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 АВЛ-5 хлороформом трижды порциями по 50 мл. Объединенные экстракты высушивают безводным сернокислым натрием и отгоняют растворитель на ротационном испарителе при температуре 55-60°C. Остаток количественно наносят на хроматографическую пластинку.

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

отгоняют на ротационном испарителе досуха при температуре 55-60°C. 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 ЭВЭ-5 хлороформом трижды по 15-20 мл. Объединенный экстракт проводят через воронку с безводным сернокислым натрием, растворитель отгоняют при температуре 55-60°C, 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 бензоле. При этом ЭВЭ-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 реактивом 0,1% раствором эозина. Зоны локализации препарата обнаруживаются 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 аммиака серебра. Пластинку до и после обработки проявляющим реактивом подвергают УФ-облучению в течение 1 часа до обработки и 5-10 минут после обработки. В этих условиях ЭВЭ-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 ЭВЭ-5 в анализируемой пробе определяют по следующей формуле:

$$X = \frac{A}{P}, \text{ где}$$

- X - содержание ЭБ₂-5 в исследуемой пробе, мг/л или мг/кг;
A - количество ЭБ₂-5, найденное путем сравнения со стандартами, мкг;
P - масса или объем исследуемой пробы, г или л.

3. Требования техники безопасности

При работе с ЭБ₂-5 необходимо выполнять все требования техники безопасности необходимые при работе с ядовитыми и легковоспламеняющимися веществами.

4. Разработчики:

1. Бунятян Юрий Андраникович - филиал ВНИИГИНТОКС-а, г.Ереван
2. Петросян Маргарита Суреновна - филиал ВНИИГИНТОКС-а, г.Ереван
3. Джагацпаян Сусанна Арутюновна - филиал ВНИИГИНТОКС-а, 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 ЭБЗ-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 бензоилпропкислоты в почве методом газожидкостной хроматографии
31 июля 1984 г. №3072-84 127

стр.

20. Временные методические указания по определению лентаграфа 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 триадимифона (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 арилона по бензолсульфонамиду в зернах хлопка, почве и воде тонкослойной хроматографией

21 ноября 1985г. № 4057-85

196

31. Методические указания по определению гидразида 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 геранилцетсена-ноата 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 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