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 — 1988

gost.e-ecolog.ru

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

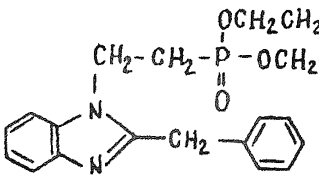
Методические указания согласованы и одобрены отделом перспективного планирования санэпидслужбы ИМШиТМ им.Марциновского Е.И. и Лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

Л.Г.Александрова, Д.Б.Гиренко, А.А.Калинина (зам.председатель), 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.ЗАЙЧЕНКО
" 21 " ноября 1985 г.
№ 4023-85

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



М.м. 447,1

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°С. Хорошо растворим в ацетоне, этаноле, хлороформе, тетрагидрофуране, диметилсульфоксиде и малорастворим в воде.

Лабораторный образец гигроскопичен и, кроме основного продукта (97%), содержит воду (1,1%), исходное вещество 2-бензилбензимидазол (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 ЭВФ-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 (I:I) и высушенные).
3. Предел измерения в колориметрируемом объеме (7мл) - 5 мкг.
4. Предел измерения в воздухе 0,07мг/м^3 (при отборе 70 л воздуха).
5. Диапазон измеряемых концентраций 0,07I - 0,5 мг/м^3.
6. Определению ЭВФ-5 мешают близкие по области применения иные регуляторы роста растений - гидрел, дигидрел.
7. Среднее значение определения стандартных количеств ЭВФ-5 - 93,35% при n=25, стандартное отклонение - I,I36; относительное стандартное отклонение I,22%; доверительный интервал среднего при p=0,95 и n=25 - $\pm$0,47; граница суммарной погрешности измерения $\pm$I5%.
8. ОБУВ ЭВФ-5 I мг/м^3.

II. Реактивы, растворы, материалы

ЭВФ-5, х.ч.
Хлороформ, х.ч. ГОСТ 2I5-74
Натрий тетраборнокислый, х.ч., ГОСТ 4I99-76, 0,05М водный раствор
Соляная кислота, х.ч. ГОСТ 3II8-77, 0,I н водный раствор
Эозин Н, индикатор, ч.д.а., ТУ 6-09-I83-70, I% в буферном растворе (pH 8,0I)
Натр едкий, ч.д.а., ГОСТ 4328-77, 5% водный раствор
Кальций хлористый плавленный (гидрофилит), ч. ГОСТ 3460-77
I,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 I0 дней.
Стандартный раствор ЭВФ-5 в хлороформе с содержанием I00 мкг/мл,

готовят из х.ч. вещества
Буферный раствор (pH 8,01):56мл 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

Ш. Приборы и посуда

Спектрофотометр СФ-26-01
Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-77
Фильтродержатель
Прибор для отгонки растворителя, ТУ 25-11-917-74
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, 100мл, ГОСТ 1770-74
Стаканы химические на 50, 100 мл ГОСТ 10394-72
Воронки лабораторные ГОСТ 8613-75
Аппарат для встряхивания жидкости в лабораторной посуде ТУ 64-1-1081-73
Воронки делительные на 50, 1000 мл, ГОСТ 8613-75
Пробирки на 10 мл, ГОСТ 10515-75

IУ. 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 1/2 ОБУВ достаточно отобрать 10 л воздуха.

У. Условия анализа

Фильтр переносят в коническую колбу на 250 мл и извлекают препарат экстракцией (3х15мл) 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 I мл I% раствора эозина и 6 мл буферного раствора с pH=8,0I. 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 ЭБФ-5 в анализируемой пробе находят по предварительно построенному градуировочному графику (табл.I.)

Таблица I.

Шкала стандартов для построения градуировочной кривой

Компоненты градуировочных растворов и их объемы	Номера градуировочных растворов							
	I	2	3	4	5	6	7	8
Стандартный раствор ЭБФ-5 I00мкг/мл, мл	0	0,05	0,I0	0,I5	0,20	0,25	0,30	0,35
	растворитель упаривают досуха							
Буферный раствор (pH=8,0I) мл	6	6	6	6	6	6	6	6
Эозин Н, I% раствор, мл	I	I	I	I	I	I	I	I
I,2-Дихлорэтан, мл	7	7	7	7	7	7	7	7
Содержание ЭБФ-5 в фотометрируемом объеме, мкг	0	5	I0	I5	20	25	30	35

Измеряют оптическую плотность окрашенных в розовый цвет растворов и строят график, откладывая по оси абсцисс содержание ЭБВ-5 в фотометрируемом объеме (7мл), а по оси ординат значения оптической плотности.

Концентрацию ЭБВ-5 (X) в воздухе в мг/м^3 вычисляют по формуле:

$$X = \frac{Q}{У_{20}}, \text{ где}$$

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

$У_{20}$-объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

УI. 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

Бунятян Н.А., Геворгян А.А., Оганесян Г.О. (Филиал ВНИИГИНТОКСа, г.Ереван), Мушегян 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 хроматографическими методами (дополнение к №2085-79)
2I 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 примицида в растительном материале и в почве с помощью тонкослойной и газожидкостной хроматографии
2I 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 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. №3884-85 51

9. Временные методические указания по хроматографическому определению ДД в воде
22 мая 1985 г. №3876-85 57

10. Временные методические указания по определению иодауна 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 ГЖХ 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 методическиему указания по определению остаточных количеств фозилада в свекле методом газожидкостной хроматографии

22 мая I985 г. №3875-85 88

I5. Временные методические указания по определению регулятора роста растений ЭБФ-5 в воде, растительном материале методом ТСХ

2I ноября I985 г. №403I-85 93

I6. Методические указания по определению остаточных количеств хлорорганических пестицидов и продуктов их разложения (α-изомера ГХЦГ, γ-изомера ГХЦГ, гептахлора, альдрина, кельтана, ДДЭ, ДДД, ДДТ) в воде хроматографическими методами при совместном присутствии I июля I986 г. №4I20-86 99

Азотсодержащие пестициды

I7. Временные методические указания по определению ацетала в воде, почве, картофеле, зерне и зеленой массе кукурузы и сои методами ГЖХ и ТСХ

2I ноября I985 г. №4029-85 II3

I8. Методические указания по определению дифенамида в воде в воде методом тонкослойной хроматографии

2I ноября I985 г. №4033-85 I23

I9. Методические указания по определению карахола и его метаболита бензоилпропкислоты в почве методом газожидкостной хроматографии

3I июля I984 г. №3072-84 I27

стр.

20. Временные методические указания по определению лентаграна в растительной продукции, почве и воде ТСХ
12.04.85 г. №3253-85 136

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 раундапа 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-

ной хроматографии
3 января 1985 г. № 3190-85 179

28. Методические указания по определению триадимефона (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. № 4037-85 196

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

стр.

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 АМГ-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 геранилизовалерата 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 I 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 ивина в воздухе рабочей зоны
I июля 1986 г. №4127-86 275

44. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций ленацила в воздухе рабочей зоны
I 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 лонтрела 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 инкала 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 ромунида 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

Стр.

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.
[illegible]×84/16 Ротапринт

gost.e-ecolog.ru

Москва. Типография ВАСХНИЛ