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

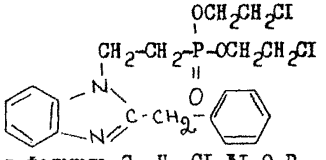
Л.Г.Александрова, Д.Б.Гиренко, А.А.Калинина (зам.председатель), М.А.Клисенко (председатель), Г.И.Короткова, М.В.Письменная, Г.А.Хохолькова, В.Е.Кривенчук.

"УТВЕРЖДАЮ"
Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР
А.И.ЗАИЧЕНКО
"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°С, 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%).

ЭБФ-5

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

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

Метод основан на извлечении ЭБФ-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 (I:I). Зоны локализации ЭБФ-5 обнаруживаются в виде ярко розовых пятен после обработки пластинки 0,2% водным раствором эозина. Пределы обнаружения составляют 0,02 - 0,I5 мг/кг(л). Аналитическая открываемость 93,I - 85,6%.

2.I.2. Метрологическая характеристика методики (при n = 5, p = 0,95)

Анализируемый объект	Метрологические параметры					
	Предел обнаружения, мг/кг (л)	Диапазон определяемых концентраций мг/кг(л)	Среднее значение % обнаружения при n=5	Стандартное отклонение, $\bar{S}$	Доверительный интервал среднего результата	Относительное стандартное отклонение S_r, %
Вода	0,02	0,02-3,3	93,I	I,I3	±2,37	I,2I
Томаты	0,I5	0,I5-I,5	87,2	I,95	±5,44	2,23
Огурцы	0,I5	0,I5-I,5	88,0	0,88	±2,47	I,00
Свекла	0,I5	0,I5-I,5	85,6	I,93	±5,37	2,25
Морковь	0,I5	0,I5-I,5	86,0	0,63	±I,75	0,73

2.I.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 2I5-74
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 4I66-76
Азотнокислое серебро, х.ч., ГОСТ I277-75
Аммиак водный, ч.д.а., ГОСТ 3760-79
Соляная кислота, х.ч., ГОСТ 3II8-77, 0,5н водный раствор
Натр едкий, х.ч., ГОСТ 4328-77, 20% водный раствор
Эозин Н индикатор, ч.д.а. ТУ 6-09-I83-70, 0,I% водный раствор
Пластинки "Силуфол" UV- 254 (ЧССР)
Фильтры бумажные "синяя лента" ТУ 6-09-I678-77
Стандартный раствор ЭВФ-5 в хлороформе с содержанием I00мкг/мл.

2.3. Приборы, аппаратура, посуда

Ртутно-кварцевая лампа ПРК-2 или ПРК-4 ТУ I6-535-280-74
Аппарат для встряхивания жидкости в лабораторной посуде, ТУ 64-I-I08I-73
Прибор для отгонки растворителя ТУ 25-II-9I7-74
Водоструйный вакуумный насос, стеклянный ГОСТ I0696-75
Колба круглодонная короткогорлая со шлифом ГОСТ I0394-72
Воронки делительные на I00 мл ГОСТ 8613-75
Воронки химические ГОСТ 8613-75
Колбы конические на 250 мл ГОСТ I0394-72
Колбы мерные на I00 мл ГОСТ I770-74
Пипетки на I, 5, I0 мл ГОСТ 20292-74
Микропипетки на 0,I мл ГОСТ 20292-74
Пульверизатор стеклянный, ГОСТ I0391-74

Камера для хроматографирования, ГОСТ 10565-75
Камера для опрыскивания, ТУ 25-11-430-70

2.4. Подготовка к определению

2.4.1. Проявляющий реактив - аммиакат серебра.

0,85 г азотнокислого серебра помещают в мерную колбу на 100мл 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 ЭВ2-5 хлороформом трижды порциями по 50 мл. Объединенные экстракты высушивают безводным сернокислым натрием и отгоняют растворитель на ротационном испарителе при температуре 55-60°С. Остаток количественно наносят на хроматографическую пластинку.

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

отгоняют на ротационном испарителе досуха при температуре 55-60°С. 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 55-60°С, 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 15х15 см). Хроматографирование проводят восходящим способом. Сначала хроматографируют в бензоле. 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 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 аммиаката 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 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:

$$X = \frac{A}{P}, \text{ где}$$

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

3. Требования техники безопасности

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

4. Разработчики:

I. Бунятян Юрий Андраникович - филиал ВНИИГИНТОКС-а, г.Ереван
2. Петросян Маргарита Суреновна - филиал ВНИИГИНТОКС-а, г.Ереван
3. Джагацпанян 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 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