Министерство сельского хозяйства
Российской Федерации

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

Сборник № 21
Часть 1-ая

МОСКВА
ЦЕНТР НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ИНФОРМАЦИИ,
ПРОПАГАНДЫ И РЕКЛАМЫ
1994 г.

gost.e-ecolog.ru

Министерство сельского хозяйства
Российской Федерации

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

Сборник № 21
Часть 1-ая

МОСКВА
ЦЕНТР НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ИНФОРМАЦИИ,
ПРОПАГАНДЫ И РЕКЛАМЫ
1994 г.

Государственная комиссия по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками

Редакционная коллегия:

Новикова К.Ф.-начальник сектора ННХСЗР; Калинин В.А.-к.с.н., профессор, зав.кафедры ТСХА; Гиренко Д.Б.-к.х.н., зав.аналитической лаборатории УКР ВНИИГИНТОКС; Борисов Г.С.-зав. КТЛ РРСТАЗР; Устинова Т.Н.-ведущий специалист КТЛ РРСТАЗР.

Настоящие методические указания предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и научно-исследовательских учреждений Минздрава РФ, а также ветеринарных, агрохимических, контрольно-токсикологических лабораторий Минсельхоза РФ и лабораторий других ведомств, занимающихся определением остаточных количеств пестицидов, регуляторов роста растений и биопрепаратов в продуктах питания, кормах и внешней среде.

Методические указания апробированы и рекомендованы в качестве официальных Группой экспертов при Госхимкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками.

Ответственный за выпуск - Орехов Д.А., заместитель председателя Госхимкомиссии -
тел. 207-63-90

Сборник подготовлен к изданию Российской республиканской станцией защиты растений "Главхимзащиты" МСХ РФ
г.Раменское Московской обл., ул.Нефтегазосъемки 11/41 тел.(246) 3-09-52

ОГЛАВЛЕНИЕ

Хлорорганические пестициды стр.

1. Методические указания по групповой идентификации хлорорганических пестицидов и их метаболитов в биоматериале, продуктах питания и объектах окружающей среды методом адсорбционной высокоэффективной жидкостной хроматографией.

29 июля 1991г. № 6129-91.....9..

2. Временные методические указания по определению модауна в эфирных маслах методом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, № 6109-91.....18..

Фосфорорганические пестициды

3. Методические указания по определению бициклада в растительном материале хроматографией в тонком слое.

29 июля 1991г, № 6113-91.....26...

4. Временные методические указания по определению офтанола-Т (по изофенфосу) в воде, почве, зерне и семенах сахарной свеклы.

29 июля 1991г, № 6105-91.....31...

5. Временные методические указания по определению метаболитов ФОП, производных тио- и дитиофосфорных кислот в биоматериале методом тонкослойной и газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, № 6072-91.....36....

6. Методические указания по определению метаболитов фосфамида в биологических средах методом тонкослойной хроматографией.

29 июля 1991г, № 6133-91.....48....

7. Методические указания по определению этримфоса в зерновых культурах методом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, № 6129-91.....57....

8. Методические указания по газохроматографическому определению остаточных количеств этамона в столовой и сахарной свекле,зеленой массе

растений и почве.

29 июля 1991г, № 6094-91.....62.....

9. Методические указания по определению эфаля (этилфосфита алюминия и фосфористой кислоты) в растительных культурах, продуктах их переработки, воде, почве методом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6132-91.....70...

Пиретроиды

10. Временные методические указания по определению изатрина в растительном материале методом тонкослойной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6070-91.....85....

11. Временные методические указания по определению пиретроидов (перметрина, циперметрина, фенвалерата и декаметрина) в молоке и мясе методом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г. N 6093-91.....91...

12. Временные методические указания по определению суми-α в биологическом материале методом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6101-91.....103....

Гетероциклические соединения

13. Временные методические указания по определению остаточных количеств азовита в зерне злаковых, зеленой массе растений, сахарной свекле, яблоках, почве и воде газожидкостной и тонкослойной хроматографией.

29 июля 1991г, N 5371-91.....110.....

14. Методические указания по определению байфидана в зерновых и лекарственных культурах, воде и почве методами газожидкостной и тонкослойной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6131-91.....123....

15. Методические указания по определению бутизана С в воде и почве ме-

тодом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6139-91.....131....

16. Временные методические указания по хроматографическому определению ивина и его метаболита, 2,6-лутидина в воде, овощах (картофель,огурцы,томаты).

29 июля 1991г, N 6079-91.....136.....

17. Временные методические указания по хроматографическому определению ивина в биологическом материале.

29 июля 1991г, N 6078-91.....143.....

18. Временные методические указания по определению остаточных количеств ивина и его комплексов в воде методом тонкослойной хроматографии.

29 июля 1991г. N 6077-91.....149.....

19. Временные методические указания по определению кентавра в воде методом хроматографии в тонком слое.

29 июля 1991г, N 6100-91.....155....

20. Временные методические указания по определению лентаграна в эфирных маслах методом тонкослойной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6111-91.....162.....

21. Временные методические указания по определению рейсера в эфирных маслах лаванды и мяты методом газожидкостной хроматографии

29 июля 1991 г, N 6074-91.....168.....

22. Методические указания по определению топаза в сельскохозяйственных культурах газожидкостной и тонкослойной хроматографией.

8 июня 1989г, N 5009-89.....174....

23. Временные методические указания по определению харелли в воде методом хроматографии в тонком слое.

29 июля 1991г, N 6102-91.....182...

24. Временные методические указания по определению экспромта в воде методом хроматографии в тонком слое.

29 июля 1991г, N 6107-91.....191...

25. Методические указания по определению эллипса в почве, зерне зерновых культур методами газожидкостной и тонкослойной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6273-91.....199...

Нитрофенолы и их производные

26. Методические указания по определению акрекса и диносеба в крови и моче тонкослойной хроматографией.

4 октября 1988г, N 4707-88.....210...

27. Методические указания по определению трефлана в зеленой массе и зерне зерновых культур методом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6125-91.....215..

Производные мочевины и карбаминовой кислоты

28. Временные методические указания по определению остаточных количеств димилина в яблоках тонкослойной хроматографией.

29 июля 1991г, N 6075-91.....222..

29. Временные методические указания по определению остаточных количеств картолина-2 в зерне ячменя, пшеницы и других злаков,гречихи, бобах сои,сухих кормовых травах, почве и воде тонкослойной хроматографией.

29 июля 1991г. N 6097-91.....228.

30. Методические указания по определению картолина-2 в биосубстратах методом тонкослойной хроматографией.

29 июля 1991г, N 6115-91.....240.

Алканкарбоновые кислоты и их производные

31. Методические указания по ускоренному определению 2,4-Д и ТХА в биоматериале (органы и ткани мелких наземных и почвенных животных) методом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6128-91.....247..

32. Методические указания по определению 2,4-Д в воде методом обращенно-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии.

29 июля 1991г. N 6127-91.....253..

Прочие пестициды

33. Временные методические указания по определению набу в эфирных маслах методом тонкослойной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6110-91.....260..

34. Временные методические указания по определению остаточных количеств нафталевого ангидрида в зерне кукурузы, льна и воде тонкослойной хроматографией.

29 июля 1991 г, N 6096-91.....265...

Методические указания по измерению концентраций пестицидов и полупродуктов их получения в воздухе рабочей зоны

1. Методические указания по газохроматрографическому измерению концентраций бутизана в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6138-91.....272....

2. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций виджила в воздухе рабочей зоны.

26 февраля 1991г, N 5325-91.....276....

3. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций глина в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6134-91.....281.....

4. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций грамекса в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г. N 6082-91.....285.....

5. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций гранстара в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6090-91.....289....

6. Методические указания по измерению концентраций оксиме дикамбы в воздухе рабочей зоны тонкослойной хроматографией.

29 июля 1991г, N 6117-91.....295.....

7. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций дикната и адила в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6154-91.....300.....

8. Методические указания по измерению концентраций C_7- C_9 - эфиров 2,4-ДМ; 2,4-Д и 2,4,5 - ТП- кислот в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6119-91.....308.....

9. Временные методические указания по измерению концентраций дуала в воздухе рабочей зоны методом фотометрии, тонкослойной и газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991 г, N 6086-91.....314.....

10 Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций кентавра в воздухе рабочей зоны

29 июля 1991 г, № 6085-91.....323.....

11.Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций лондакса в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6104-91.....329.....

12.Методические указания по хроматографическому измерению концентраций 4-нитро-о-ксилола и 3-нитро-о-ксилола в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6116-91.....334.....

13.Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций омайта в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6269-91.....339....

14.Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций офтанола-Т (по изофенфосу) в воздухе рабочей зоны

29 июля 1991г, N 6087-91.....344....

15.Методические указания по хроматографическому измерению концентраций 4-родан-2-нитроанилина в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6118-91.....349.....

16.Временные методические указания по измерению коонцентраций тиадиазола в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии

29 июля 1991г, N 6084-91.....354.....

17.Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций тотрила в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6089-91.....358.....

18.Временные методические указания по измерению концентраций фоликура в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии

29 июля 1991г, N 6112-91.....362.....

19.Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций фюзилада в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6088-91.....369.....

20.Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций харэлли в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, № 6071-91. ....373.....

21.Временные методические указания по измерению концентраций экспромта в воздухе методом газожидкостной хроматографии

29 июля 1991г, № 6081-91.....378.....

22.Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций эллипса в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, № 6083-91.....383.....

23.Методические указания по измерению концентраций эфаля в воздухе рабочей зоны фотометрическим и газохроматографическим методом.

29 июля 1991г, № 6120-91.....387.....

ХЛОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

Утверждено
Министерством здравоохранения СССР
"29" июля 1991 г
№ 6109-91

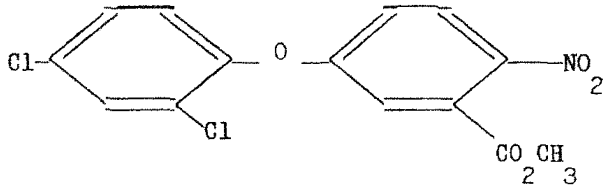
ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МОДАУНА В ЭФИРНЫХ МАСЛАХ МЕТОДОМ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

(В ДОПОЛНЕНИИ К № 4030-85, 21.10.1985)

1.Краткая характеристика препарата

1.1.Химическое название:2-нитро-5(2,4-дихлорофенокси)бензойной кислоты метиловый эфир.

Структурная формула



Брутто формула

$C_{14}H_9Cl_2NO_5$

М.м. 342,1

1.2.Синонимы: бифенокс

1.3.В чистом виде - желтое кристаллическое вещество, температура плавления 84-86°С.Растворимость в воде 0,35 мг/л, в ацетоне 400 г/кг, в ксилоле 30%, в алифатических углеводородах менее 1%.Выпускается в виде 80%-ного с.п., концентрата эмульсии с содержанием д.в. 200 г/л и 10% гранул.$ЛД_{50}$ для крыс более 6400 мг/кг.Рекомендуется для борьбы с сорняками на розе эфиромасличной, полыни лимонной и герани розовой.

Разработчик: Ю.С.Баранов, ВНИИ эфиромасличных культур, г.Симферополь

2.Методика определения модауна в эфирных маслах методом газожидкостной хроматографии

2.1.Основные положения

2.1.1.Принцип метода

Метод основан на обработке гексановых растворов или бензольных эфирного масла концентрированной серной кислотой, концентрировании очищенных растворов и определении методом газожидкостной хроматографии с детектором постоянной скорости рекомбинации.

2.1.2.Метрологическая характеристика метода

Минимально детектируемое количество модауна 0,1 нг.

Среднее значение определения при n=5, α=0,95, - 70,1%.

Нижний предел определения в эфирном масле 0,1 мг/кг.

Стандартное отклонение 3,8.

Доверительный интервал среднего при n=5, α=0,95, $\pm$ 7,2%

Размах варьирования 59,7-82,6.

2.1.3.Избирательность метода.

Метод селективен в присутствии фосфорорганических пестицидов симм-триазинов,фенилмочевин, определению не мешают: тетрал,ронстар, *тербацил*, трефлан, стомп.

2.2.Реактивы и растворы.

Гексан, ТУ 6-09-3375-78, $CH_3(CH_2)_4CH_3$

Натрий сернокислый безводный, ГОСТ 4166 х.ч.

Азот особой чистоты,ГОСТ 9293-74

Кислота серная, ГОСТ 4204-77 х.ч. H_2SO_4, удельный вес 1,84

Алюминия оксид П-й степени активности Al_2O_3 ТУ 6-09-3916-83

Хроматон-супер (0,16-0,20 мм),пропитанный 5% OV-1

Хроматон-супер (0,16-0,20 мм), пропитанный 5% OV-210

Стандартный раствор модауна в ацетоне с содержанием 0,1 и 1,0 мкг/мл.

Растворы модауна стабильны при хранении в холодильнике в течение шести месяцев.Для приготовления стандартного раствора взвешивают на аналитических весах навеску модауна 10 мг±0,2 мг,помещают ее в мерную колбу емкостью 100 мл.Навеску растворяют в 10-15 мл ацетона и доводят до метки тем же растворителем.Из раствора пипеткой переносят в мерные колбы на 100 мл 1 мл и 0,1 мл раствора и доводят до метки ацетоном.Растворы содержат 1 мкг/мл и 0,1 мкг/мл модауна соответственно.

2.3.Приборы и посуда

Хроматограф газовый с детектором постоянной скорости рекомбинации серии"Цвет"или аналогичный

Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М, ТУ 25-11-917-76

Весы ВЛР-200, ГОСТ 24104-88

Гири Г-2-210,ГОСТ 73-28-82

Весы ВЛКТ-500, ГОСТ 24104-88

Воронки ВД-2-500-29/32 х.с.,ГОСТ 25336-82

Воронки химические,ГОСТ 25336-82

Колбы КНКШ, ГОСТ 25336-82

Колбы Кьельдаля 1-250-29/32 т.с.,ГОСТ 25336-82

Колбы мерные на 100 мл, ГОСТ 1770-74

Пипетки на 1 и 0,1 мл, ГОСТ 1770-74

Микрошприц, МШ-10м, ТУ 2-833-106

Цилиндр 1-100,ГОСТ 1770-74

Допускается применение аппаратуры и химической посуды с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками не ниже указанных в стандарте.

2.4.Подготовка к определению

2.4.1.Отбор, хранение и доставка проб

Отбор, хранение и доставку проб проводят в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов", утвержденными заместителем Главного государственного санитарного врача СССР, № 2051-79, от 21.08.1979.Для анализа отбирают среднюю пробу эфирного масла массой 10 г.Пробу хранят при +5°С в течение 2 месяцев с записью результатов взвешивания до первого десятичного знака.

2.4.2.Подготовка и очистка реактивов

Органические растворители перед началом работы очистить по соответствующим методикам и перегнать (2),сульфат натрия прокалить при 300-400°С.Хроматографическую колонку кондиционировать в режимных условиях в течение 2-х часов.

2.5.Проведение определения

Навеску 10 г эфирного масла растворяют в 50 мл н-гексана или бензола.В делительной воронке на 250 мл раствор промывают концентрированной серной кислотой, 3х30 мл.Затем верхний слой пропускают через 50 г безводного сульфата натрия и упаривают

досуха на ротационном испарителе при температуре бани не выше 50°С.К сухому остатку по стенкам колбы прибавляют 1 мл бензола, закрывают и вращают колбу.В испаритель хроматографа вводят 2 мкл раствора.

Для экстрактовых масел, содержащих большое количество восков, проводят дополнительную очистку на колонке с оксидом алюминия. Для этого оставшийся гексановый или бензольный раствор после промывки серной кислотой переносят на предварительно промытую бензолом хроматографическую колонку, заполненную 6 г оксида алюминия и 2 г безводного сульфата натрия.Элюируют модаун 60 мл бензола.Элюат концентрируют до 1 мл на ротационном испарителе и 2 мкл раствора вводят в испаритель хроматографа.

2.6.Условия хроматографирования

Хроматографические параметры	5% OV-1	5% OV-210
Размер колонки , мм	2000х3	2000х3
Материал колонки	стекло	стекло
Форма колонки	спираль	спираль
Расход газа-носителя через колонку,мл/мин	60	60
Температура испарителя,°С	250	250
Температура термостата колонок,°С	220	220
Температура термостата детекторов,°С	250	250
Хроматографируемый объем, мкл	2	2

Время удерживания, мин	11,5	15,0
Число теоретических тарелок	437	475
Линейный динамический диапазон,мг	0,1-10	0,1-10

Рабочая шкала электрометра, а

2.7.Обработка результатов анализа

Количественный расчет препарата в анализируемой пробе проводят по формуле:

$$X=\frac{H \cdot V_1}{V_2 \cdot A \cdot K}$$

где X - содержание модауна в пробе, мг/кг;

V_1 - объем анализируемой пробы, мл;

V_2 - объем инъектируемой пробы, мкл;

H - высота пика препарата в анализируемой пробе, мм;

A - навеска, г;

K - калибровочный коэффициент, который определяется по формуле:

$$K=\frac{1}{n}\left[\frac{H_1}{CV_2}+\frac{H_2}{CV_2}+\ldots\ldots\frac{H_n}{CV_n}\right]$$

H_1, H_2, H_n - высота пиков стандартного раствора модауна, мм;

V_1, V_2, V_n - объемы стандартного раствора модауна, мкл;

C - концентрация стандартного раствора модауна, 1,0 мкг/мл

Содержание модауна в пробах эфирного масла вычисляют как среднее из трех параллельных определений.

3.Требования безопасности

При выполнении операций по определению модауна в эфирных маслах

следует руководствоваться требованиями при работе с соединениями третьего класса токсичности и легколетучими растворителями.

4.Литература

1.Кофман И.Ш.,Авиповицкая М.Я. "Временные методические указания по определению модауна в воде и почве газо-жидкостной хроматографией" Сб. методик, ч. XVII, 1988, 60-65

2.А.Гордон,Р.Форд "Спутник химика",М., "Мир",1976,437-445.

gost.e-ecolog.ru