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

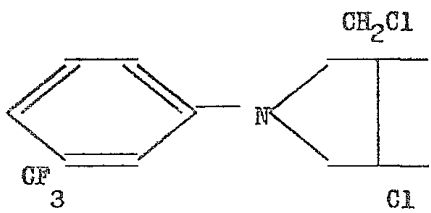
Утверждено Министерством
здравоохранения СССР
"29" июня 1991 г
№ 6074-91

# ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ РЕЙСЕРА В ЭФИРНЫХ МАСЛАХ ЛАВАНДЫ И МЯТЫ МЕТОДОМ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ (дополнение к № 4446-87)

1.Краткая характеристика препарата

1.1.Химическое название:1-(м-трифторметилфенил)-3-хлоро-4-хлорметил-пирролидон-2

Структурная формула




C H CL F NO
12 10 2 3

М.м. 312,1

1.2.Синонимы: флурохлоридон

1.3.В чистом виде -белое кристаллическое вещество без запаха,температура плавления 79-80,5$^0$С.Растворим в ацетоне,растворимость в воде 28 мг/л.ЛД$_{50}$ -3450 мг/кг.Выпускается в виде 25% к.э.,рекомендуется для борьбы с сорняками на лаванде настоящей и мяте перечной.

2.Методика определения в эфирных маслах газожидкостной хроматографией

2.1.Основные положения

2.1.1.Принцип метода

Метод основан на извлечении рейсера из растворов эфирных масел в п-гексане ацетонитрилом,промывке экстракта смесью растворителей п-гексан-диэтиловый эфир,реэкстракции препарата из разбавленного ацетонитрильного раствора в п-гексан и определении методом газожидкостной хроматографии с детектором постоянной скорости рекомбинации.

---

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

2.1.2.Метрологическая характеристика метода

Минимально детектируемое количество рейсера 0,1 нг.

Нижний предел определения в эфирном масле 0,01 мг/кг.

Среднее значение определения при n=5, a=0,95;78,3%.

Стандартное отклонение ±14,9%.

Размах варьирования 70,5-79,5%.

2.1.3.Избирательность метода

Метод селективен в присутствии хлор- и фосфор-органических пестицидов,определению не мешают фенил-замещенные мочевины,симатриазины,ронстар,тетрал, динитроанилины,нитродифениловые эфиры.

2.2.Реактивы и растворы

n-Гексан,ТУ 6-09-3375-78.

Ацетонитрил,ч,ТУ 6-09-3534-87.

Натрий сернокислый безводный,хч.,ГОСТ 4166-76.

Азот особой чистоты,ГОСТ 9293-76.

Диэтиловый эфир,ч,ГОСТ 6262-79.

Хроматон-супер(0,16-0,20 мм)с 5% OV-210,ЧССР.

Хроматон-супер(0,16-0,20 мм)с 5% OV-1,ЧССР.

Алюминий оксид II степени активности по Брокману,ТУ 06-09-3916-83.

Рейсер - стандартные растворы в ацетоне с содержанием 1 мкг/мл и 0,2 мкг/мл.

2.3.Приборы и посуда

Хроматограф газовый с детектором постоянной скорости рекомбинации "Цвет-164","Цвет-106" и т.д.;

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

Воронки делительные типа ВД,ГОСТ 25336-82;

Воронки химические типа В,ГОСТ 25336-82;

Колбы плоскодонные тип КНШ,ГОСТ 25336-82;

Колбы грушевидные остродонные типа ОКШ,ГОСТ 25336-82;

Колбы мерные,ГОСТ 1770-74,на 1000 мл;

Пипетки,ГОСТ 20292-74,на 1 и 10 мл;

Микрошприц для хроматографии МШ-10М,ТУ 2-833-106;

Весы лабораторные ВЛКТ-500,ГОСТ 24104-88;

Весы аналитические ВЛР-200,ГОСТ 24104-88.

2.4.Подготовка к определению

Органические растворители перед началом работы очистить по соответствующим методикам /1/ и перегнать,сульфат натрия прокалить при 300-400$^{O}$С.Хроматографическую колонку кондиционировать в рекомендуемых условиях в течение 2-х часов.

2.4.1.Отбор проб

Отбор проб проводят в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции,продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов", утвержденными Минздравом СССР,№ 2051-79 от 21.08.79 г.Для анализа отбирают пробу эфирного масла - 10 г.Для анализа отбирают среднюю пробу эфирного масла - 10 г.

2.5.Проведение определения

Навеску 10 г эфирного масла лаванды или мяты помещают в делительную воронку на 250 мл с 50 мл н-гексана, выдерживают 10 минут. Прибавляют 50 мл ацетонитрила, встряхивают и отбрасывают верхний слой. Оставшийся раствор промывают смесью растворителей: н-гексан-диэтиловый эфир (7:1), 3х:) мл, отбрасывая верхний слой. В делительную воронку на 500 мл помещают 200 мл 10% сульфата натрия и переносят оставшийся раствор после промывки. Реэкстрагируют рейсер н-гексаном. 3х50 мл, собирая верхний слой и пропуская его через 50г безводного сульфата натрия. Объединенные экстракты концентрируют досуха на ротационном испарителе при температуре бани не выше 50 °С. К сухому остатку добавляют 1 мл ацетона, встряхивают и аликвоту вводят в испаритель хроматографа.

Для экстрактовых масел, содержащих большое количество восков, проводят дополнительную очистку на колонке алюминия. Для этого н-гексановый раствор после реэкстракции из водного ацетонитрила, концентрируют до 10 мл и переносят на предварительно промытую н-гексаном хроматографическую колонку (200х15 мм) заполненную 10г оксида алюминия и 3 г безводного сульфата натрия (слой сульфата натрия располагают над оксидом алюминия). Элюируют рейсер 80 мл н-гексана. Элюат концентрируют до 1 мл на ротационном испарителе и 2 мкл раствора вводят в испаритель хроматографа.

2.6.Условия хроматографирования

| Хроматографические параметры | 5% OV-210 | 5% OV-1 |
|---|---|---|
| Размер колонки, мм | 2000х3 | 1000х3 |
| Материал колонки | стекло | стекло |
| Форма колонки | спираль | спираль |
| Расход газа-носителя, мл/мин | 60 | 60 |
| Температура испарителя, град.С | 250 | 250 |
| Температура термостата колонок, град.С | 180 | 180 |
| Температура термостата детектора, град.С | 250 | 250 |
| Хроматографируемый объем, мкл | 2 | 2 |
| Врем удерживания, мин | 5,5 | 5,5 |
| Число теоретических тарелок | 258 | 196 |
| Линейный динамический диапазон, кг | $0,1-10^{-12}$ | $0,1-10^{-12}$ |
| Рабочая шкала электрометра, а | $20х10^{-12}$ | $20х10^{-12}$ |

2.7.Обработка результатов анализа

Количественный расчет препарата в анализируемый пробе проводят по формуле:

$$X=\frac{H \times V_1}{V \times K_x A},$$

где X - содержание рейсера 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:

$$K = \frac{1}{n}\left[\frac{H_1}{C \times V_1} + \frac{H_2}{C \times V_2} + \frac{H_n}{C \times V_n}\right]$$

$H_1$ $H_2$ $H_n$ – высота пиков стандартного раствора рейсера, мм;

$V_1$ $V_2$ $V_n$ – объемы стандартного раствора рейсера 1 мкг/мл;

C – концентрация стандартного раствора рейсера, мкг/мл.

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

3. Требования безопасности

При выполнении операций по определению рейсера в эфирных маслах следует руководствоваться требованиями при работе с соединениями третьего класса токсичности и легколетучими растворителями.

4. Литература

1. А. Гордон, Р. Форд, Спутник химика – М., Мир, 1976, 437–445.

gost.e-ecolog.ru