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.....

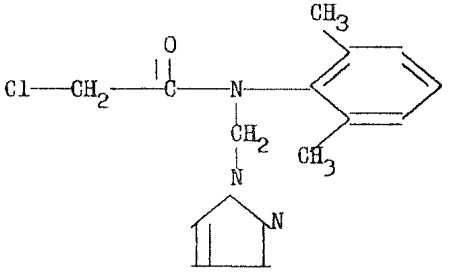
ХЛОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

Утверждено
Министерством здравоохранения СССР
" 29 " июля 1991 г
№ 6139-91

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ БУТИЗАНА С В ВОДЕ И ПОЧВЕ МЕТОДОМ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

1.Краткая характеристика препарата

Бутизан С - 2-хлоро-(2,6-диметилфенил)-N-(1Н-пиразол-1-ил)ацетамид



$C_{14}H_{16}ClN_3O$

М.м. 277,76

Бесцветные кристаллы, температура плавления 85°С, растворимые в большинстве органических растворителей, растворимость в воде 22 мг при 20°С. Давление паров $0,47 \cdot 10^{-6}$ млбар при 20°С.,летучесть - 10^{-2} мг/м^3 .Применяется для борьбы со злаковыми сорняками.

2.1.Основные положения

2.1.1.Принцип метода

Метод основан на определении бутизана С газожидкостной хроматографией после экстракции из воды и почвы органическим растворителем, очистки и концентрации пробы органическим растворителем, очистки и концентрации пробы.

Разработчики: М.Н.Герцюк,И.Л.Ястреб, ВНИИГИНТОКС, г.Киев

2.1.2.Метрологическая характеристика метода

Диапазон определяемых концентраций 2-120 мкг/л

Анализируемый объект	Среднее значение определения	Относительное стандартное отклонение	Доверительный интервал среднего, p=95, n=5
Вода	92	2,6	+2,57
Почва	78	3,4	+3,97

2.1.3.Избирательность метода

Метод избирателен.Другие препараты по сфере применения не мешают определению.

2.2.Реактивы, растворы, материалы

Азот газообразный особой чистоты, ГОСТ 9293-74.

Алюминия окись для хроматографии II ст.активности,ч,ТУ 6-09-5296-78.

Ацетон, хч., ГОСТ 2603-79.

н-Гексан, хч., ТУ 6-09-33-75.

Диэтиловый эфир, хч., ГОСТ 6262-79.

Кальций хлористый плавленный, ч., ГОСТ 3460-77.

Фильтры бумажные беззольные "синяя лента" , ТУ 6-09-1678-77.

Хлороформ , ч.д.а, ГОСТ 20015-74.

Хроматон N-FW (0.16 -0.20) с 5% SE-30 (Хемапол ЧССР).

Стандартные растворы бутизана С (5 мкг\мл0 в ацетоне, в гексане. Хранят в колодильнике.

2.3.Приборы, аппаратура, посуда

Аппарат для встряхивания, ТУ 64-1-2451-78.

Баня водяная электрическая, ТУ 64-1-285--76.

Вакуумный водоструйный насос,ГОСТ 10696-75.

Весы аналитические лабораторные, ГОСТ 19491-74.

Весы технические ВЛКТ-500.

Воронки химические,ГОСТ 25336-82.

Воронки делительные,ГОСТ 25336-82,на 50,500 мл.

Испаритель ротационный вакуумный для отгонки растворителей ИР-1М ТУ 25-11-917-76.

Колбы конические,ГОСТ 1770-74,на 50, 250 мл.

Колбы мерные,ГОСТ 1770-74,на 100 мл.

Колбы грушевидные для отгонки растворителей, ГОСТ 25336-82.

Колбы круглодонные со шлифом,ГОСТ 25336-82, на 250, 500 мл.

Колонка стеклянная, длина 1 м, внутренний диаметр 3 мм.

Колонка хроматографическая,внутренний диаметр 15 мм,высота 100 мм.

Микрошприц на 10 мкл МШ-10, ТУ 5Е-2.833.024.

Пипетки,ГОСТ 20292-74,емкостью 1,5 мл.

Секундомер С-1-2а, ГОСТ 50-72-67.

Цилиндры мерные,ГОСТ 1770-74, емкостью 50, 100 мл.

Хроматограф газовый марки "Цвет", оснащенный детектором постоянной скорости рекомбинации,или аналогичный.

2.4.Отбор, хранение и доставка проб

Отбор проб производится в соответствии с"Унифицированными правилами отбора продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов," утвержденными Заместителем Главного государственного санитарного врача СССР 21.08.1979 г за № 2051-79.

2.5.Проведение определения

2.5.1.Экстракция и очистка экстрактов

Вода. 250 мл воды помещают в делительную воронку и экстрагируют бутизан двумя порциями диэтилового эфира по 50 мл.Объединенные экстракты высушивают безводным хлористым кальцием, фильтруют и упаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 0,5 мл ацетона и хроматографируют на газовом хроматографе.

Почва.40 г почвы помещают в коническую колбу, прибавляют 60 мл ацетона,встряхивают 30 мин и фильтруют.Объединенные экстракты упаривают

до объема 1 мл и наносят на хроматографическую колонку диаметром 15 мм, содержащую 12 г окиси алюминия. Пробу элюируют 40 мл ацетона, элюент упаривают в грушевидной колбе на ротационном испарителе досуха. Колбу смывают 0,3 мл гексана и хроматографируют.

2.5.2. Идентификация и количественное определение бутизана

Газохроматографическое определение бутизана производят на хроматографе "Цвет-570" с детектором по захвату электронов или аналогичном при следующих условиях хроматографирования:

Носитель-хроматон N-AW (0,16-0,20 мм).

Неподвижная фаза -5% SE-30.

Колонка стеклянная 1 м х 3 мм.

Скорость газа-носителя (азот)-40 мл/мин.

Скорость диаграмной ленты потенциометра-240 мм/час.

Температура колонки-220°С.

Температура детектора-260°С.

Температура испарителя-260°С.

Вводимый объем-2 мкл.

Линейный диапазон определения 10-400 нг.

Время удерживания-2,75 мин.

Для количественного определения измеряют высоты пиков в пробе и стандартном растворе, при условии, что пики близки по высоте.

Содержание бутизана С расчитывают по формуле:

$$X = \frac{Сст \cdot V_2 \cdot Нпр}{Нст \cdot V_1 \cdot P}$$, где:

Х-количество препарата в пробе, мг/мл или мг/кг;

Сст-количество препарата во введенном в хроматограф растворе стандарта, нг;

Нпр-высота пика исследуемого вещества, мм;

Нст–высота пика стандартного раствора препарата, введенного в хроматограф, мл;

V_1–объем экстракта, введенный в хроматограф, мл;

V_2–общий объем пробы, используемой для хроматографического обнаружения, мкл;

Р–объем или масса анализируемой пробы, мл или мг.

3. Требования безопасности

Соблюдать все требования безопасности при работе в химических лабораториях, а также правила устройства техники безопасности, производственной санитарии, личной гигиены при работе в лабораториях санитарно-эпидемических учреждений системы Минздрава СССР (№ 2455–81 от 20.10.81).

gost.e-ecolog.ru