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.....

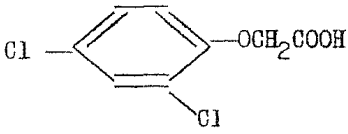
ХЛОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

Утверждено Министерством
здравоохранения СССР
" 29 "июля 1991 г
№ 6128-91

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО УСКОРЕННОМУ ОПРЕДЕЛЕНИЮ 2,4-Д И ТХА В БИОМАТЕРИАЛЕ(ОРГАНЫ И ТКАНИ МЕЛКИХ НАЗЕМНЫХ И ПОЧВЕННЫХ ЖИВОТНЫХ)МЕТОДОМ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

1.Краткая характеристика препаратов

2,4-Д(общее название - 2,4-дихлорфеноксиуксусная кислота)-гербицид избирательного действия,эффективное средство для борьбы с однолетними двудольными сорняками.



$C_8H_6O_3Cl_2$

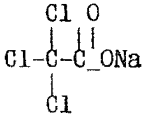
М.м.221,04

Белое кристаллическое вещество,Т пл.141°С,Т кип.160°С.Растворимость в воде 540 мг/л при 20°С,хорошо растворяется в ацетоне,спирте,эфире, четыреххлористом углероде.

Выпускается в виде 10% гранул,устойчива при хранении.

Норма расхода на посевах ржи и озимой пшеницы 10-12 кг/га в смеси с гранулированной аммиачной селитрой.

ТХА (общее название -натриевая соль трихлоруксусной кислоты)-гербицид,эффективный в борьбе с однолетними и многолетними злаковыми сорняками.



М.м.185,33

CCl_2CO_2Na

Разработчики:М.А.Клисенко,Е.И.Давыдюк,В.Ф.Демченко,ВНИИГИНТОКС,г.Киев

Действующее вещество-трихлоруксусная кислота.Белое кристаллическое вещество; гигроскопичен.Т разл. около 350°С.Растворимость в воде 1200 г/л при 20°С.Технический препарат содержит 90-95% д.в.Выпускается в форме 90% р.п.

Без доступа влаги можно хранить несколько лет;водные растворы могут вызвать коррозию металлической тары.Норма расхода на свекле 5-14,плодовых культурах 15-20,льне,картофеле,капусте,свекле,моркови,огурцах 23-50 кг/га.

2.Методика определения 2,4-Д и ТХА в биоматериале наземных и почвенных животных методом ГЖХ

2.1.Основные положения

2.1.1.Принцип метода

Метод основан на совместном извлечении 2,4-Д и ТХА из биоматериала этанолом,концентрировании и очистке экстракта с последующим раздельным газохроматографическим определением препаратов в одной пробе.

2.1.2.Метрологическая характеристика метода

Среднее значение определения 2,4-Д и ТХА (%)		75 и 70
Стандартное отклонение (%)	-"-	$\pm$4,69 и $\pm$5,93
Относительное стандартное отклонение (%)	-"-	2,1 и 2,7
Доверительный интервал (%)	-"-	$\pm$3,7 и $\pm$3,9
Предел обнаружения (мг/кг)	-"-	0,002 и 0,001

2.1.3.Избирательность метода

Метод избирателён в присутствии глобальных загрязнителей биосферы - хлорпроизводных циклопарафинов(у-ГХЦГ и его изомеры),соединений дифенилметанового ряда (4,4'-ДДТ и его производные),а также различных азот- и фосфорсодержащих пестицидов.

2.2.Реактивы и растворы

Азот,осч.,ГОСТ 9293-74.

Вода дистиллированная,ГОСТ 6709-72.

н-Гексан,ч.,ТУ 6-09-3375-78.

Диметилсульфат,МРТУ 6-09-3688-67.

Метанол,хч.,ГОСТ 6995-77.

Натрия гидрокарбонат,чда,ГОСТ 4201-66.

Натрия сульфат безводный,ч.,ГОСТ 4166-76.

Натрия хлорид,хч.,ГОСТ 4233-77.

Универсальные индикаторные бумаги pH 0-12 "Lachema",(ЧССР).

Фильтры "красная лента",ТУ 6-09-1678-77.

Хлористоводородная кислота,ч.,ГОСТ 3118-77.

Хлороформ,фармакопея СССР.

Этиловый спирт,хч.,ГОСТ 5962-67.

Эфир "для наркоза",фармакопея СССР,ГОСТ 6562-74.

0,5 М раствор гидрокарбоната натрия(42 г натрия гидрокарбоната растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью на 1000 мл; объем раствора доводят до метки).

Насыщенный раствор хлорида натрия в дистиллированной воде 5% раствор диметилсульфата в абсолютном метанноле.

Стандартный раствор метилового эфира 2,4-Д в н-гексане с концентрацией 0,02 мкг/мл.

Стандартный раствор метилового эфира ТХУ и н-гексане с концентрацией 0,01 мкг/мл.

2.3.Приборы и посуда

Хроматограф типа "Цвет-100" снабженный детектром по захвату электронов или постоянной скорости рекомбинации.

Аппарат для встряхивания АВУ-6С,ТУ 64-1-2451-78.

Весы аналитические типа ВЛР-200,ГОСТ 24104-80.

Весы технические типа ВЛКТ-500,ГОСТ 24104-80.

Испаритель ротационный типа ИР-1М2,ТУ 25-1173-102-84.

Линейка металлическая,ГОСТ 25706-83.

Микрошприц,МШ-10М,ТУ 2-833-106, или аналогичный.

Воронки делительные ,ГОСТ 25336-82,на 100 мл.

Воронки конические,ГОСТ 25336-82.

Колбы конические с пришлифованной пробкой,ГОСТ 25336-82,на 100 мл.

Колбы круглодонные со шлифом,ГОСТ 25336-82,на 100 мл.

Колбы мерные,ГОСТ 1770-74,на 100 и 1000 мл.

Пипетки мерные,ГОСТ 20292-74,на 1 и 5 мл.

Пробирки мерные,ГОСТ 1770-74,на 10 мл.

Ступки фарфоровые,ГОСТ 9147-80.

Цилиндры мерные,ГОСТ 1770-74,на 10,25 и 100 мл.

2.4.Отбор,хранение и подготовка проб

Отбор,хранение и подготовка проб к анализу проводятся в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов",утвержденных заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР 21.08.79 г за № 2051-79.Пробы готовят к анализу в день отбора.

2.5.Проведение анализа

2.5.1.Экстаркция препаратов из анализируемой пробы

Навеску биоматериала массой 1-2 г(если все органы или ткани меньше указанной массы,берут общую навеску от нескольких особей) помещают в фарфоровую ступку и измельчают ножницами,туда же насыпают 10-30 г сульфата натрия(или толченного стекла) и тщательно растирают до гомогенной массы, которую переносят в плоскодонную колбу вместимостью на 100 мл с притертой пробкой.Ступку ополаскивают 5 мл этанола,который сливают в колбу с пробкой и приливают туда же еще 5-20 мл этого растворителя.Колбу помещают на 20 мин в аппарат для встряхивания.Этанольный экстракт фильтруют через складчатый фильтр в круглодонную колбу со шлифом вместимостью на 100 мл.Экстракцию пробы повторяют еще раз 10-25 мл этанола в течение 10 мин,после чего экстракт присоединяют к первой порции,а пробу переносят на фильтр и дважды промывают

ее 5 мл растворителя каждый раз ополаскивая им колбу из-под пробы.Этанольный экстракт упаривают на ротационном испарителе при 60-70°С до водного остатка,который (после охлаждения) смешивают с 10 мл 0,5М раствора гидрокарбоната натрия и переносят в делительную воронку вместимостью на 100 мл,колбу ополаскивают еще 10 мл гидрокарбоната натрия,который присоединяют к первым 10 мл.Для очистки пробы от сопутствующих примесей хлор- и фосфорорганических пестицидов,а также других органических веществ, проводится их переэкстракция (2 раз по 20 мл) в начале хлороформом,затем н-гексаном (оба растворителя отбрасываются).В раствор бикарбоната натрия приливают 0,2 мл концентрированной хлористоводородной кислоты,пробу перемешивают и ,после окончания выделения углекислого газа,из подкисленного водного раствора извлекают 2,4-Д и ТХУ диэтиловым эфиром,повторяя переэкстракцию 3 раза (10,10 и 5 мл).Объединенные эфирные экстракты отмывают дистиллированной водой до нейтральной pH (3 раза по 50 мл) и фильтруют через прокаленный сульфат натрия в круглодонную колбу со шлифом вместимостью на 50 мл.Делительную воронку ополаскивают небольшим количеством эфира,которым промывают сульфат натрия на фильтре.Эфирный экстракт упаривают досуха на ротационном испарителе при 30-35°С.Далее проводят получение производных 2,4-Д и ТХУ с помощью 5%-ного раствора диметилсульфата в метаноле хроматорафическое определение метиловых эфиров на 1м колонке,заполненном инертным носителем Chromaton N-AW-DMCS с 5% SE-30 в режиме,описанном в известных методиках (определение остаточных количеств пестицидов в продуктах питания,кормах и внешней среде.М.).

Хроматографическое определение метилового эфира ТХУ можно также проводить и при другом температурном режиме:Т детектора 120°С,Т испарителя 100°С,Т колонки 50°С,что позволяет более четко разделить производные продуктов превращения ТХУ и сопутствующих примесей.

2.6.Обработка результатов анализа

Расчет содержания 2,4-Д и ТХУ в анализируемой пробе биоматериала при определении методом газожидкостной хроматографии производят по формуле:

$$X(\text{мг/кг}) = \frac{h_1 \cdot V \cdot C \cdot V_1}{h_2 \cdot V_2 \cdot P}, \text{ где}$$

h_1 – высота хроматографического сигнала пробы,мм;

h_2 – высота хроматографического сигнала стандартного раствора,мм;

V – объем анализируемой пробы,мл;

P – навеска анализируемой пробы,г;

C – концентрация стандартного раствора,мкг/мл;

V_1 – объем стандартного раствора,введенный в хроматограф,мкл;

V_2 – объем раствора пробы,введенный в хроматограф,мкл.

3.Требования безопасности

Необходимо соблюдать общепринятые правила безопасности при работе с органическими растворителями,токсичными веществами, концентрированными кислотами.

gost.e-ecolog.ru