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

6125-91 В.И.Чибураев

" 29 " июля 1991г.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

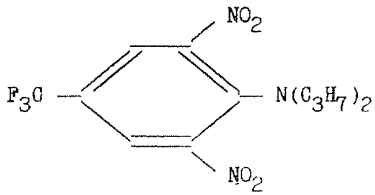
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ТРЕФЛАНА В ЗЕЛЕНОЙ МАССЕ И ЗЕРНЕ ЗЕРНОВЫХ КУЛЬТУР МЕТОДОМ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

1.Краткая характеристика вещества

Название по номенклатуре СЭВ,ИСО:трефлан(нитран,олитреф,трифлуралин).

Химическое название:2,6-динитро-4-трифторметил-N,N-дипропиланилин.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_{13}H_{17}F_3N_3O_4$

Молекулярная масса: 335,28

Физико-химические свойства:кристаллическое вещество желто-оранжевого цвета;Т.пл.48,5-49°С, т.кип.139-140°С при 4,2 мм рт.ст.Растворимость в 100 г воды при 27°С $1 \cdot 10^{-6}$г. Хорошо растворим в ароматических углеводородах и их хлорпроизводных,ацетоне,этилацетате,дихлорэтане. Растворим в гексане.

Трефлан устойчив при хранении в темноте. В тонком слое и в растворе на солнечном свету разлагается.

Разработчики:Р.Г.Юркова,И.И.Пиленкова,ВНИТИГ,г.Уфа

МДУ в мг/кг: в луке, чесноке, капусте, томате, баклажанах, перце, сое, табаке, семенах подсолнечника 0,5; моркови 0,01; соевом и подсолнечном масле 0,1.

Применяется в качестве гербицида в посевах хлопчатника, сои, гороха, подсолнечника, табака, фасоли, томатов. В смесевых препаратах применяется в посевах зерновых культур.

2. Методика определения трефлана в зеленой массе и зерне зерновых культур методом газожидкостной хроматографии.

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Метод основан на извлечении трефлана из зеленой массы культур экстракцией органическим растворителем, очистке экстракта колоночной хроматографией и газохроматографическом определении на приборе с детектором по захвату электронов. Количественное определение проводят по методу абсолютной калибровки.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода

Диапазон определяемых концентраций 0,0005–1,25 мг/кг.

Предел обнаружения в анализируемом объеме 0,0001 мкг.

Предел обнаружения в пробе 0,0005 мг/кг.

Среднее значение определения стандартных количеств 92,7%.

Число параллельных определений n=9.

Стандартное отклонение $\pm$2,5%.

Относительное стандартное отклонение 0,03.

Доверительный интервал среднего при P=0,95 и n-1 составляет 92,7$\pm$ 1,6%.

2.1.3. Избирательность метода

Определению не мешают пестициды ряда феноксиалканкарбоновых кислот и тиокарбаматы.

2.2. Реактивы и материалы

Трефлан с содержанием основного вещества не менее 96%.

Ацетонитрил, ч, ТУ 6-09-3534-74.

Гексан,ч. ТУ 6-09-3375-78.

Алюминия оксид Л 40/250 щелочной для колоночной хроматографии производства ЧССР.

Насадка для хроматографической колонки -хроматон N-AW-ДМСS (фр. 0,20-0,25 мм) с 5% ДС-550 фирмы "Хемапол".

Азот особой чистоты газообразный, ГОСТ 9293-74, в баллоне с редуктором.

Бумага фильтровальная.

2.3. Приборы, аппаратура и посуда

Хроматограф с детектором по захвату электронов.

Колонка стеклянная 200х0,3 см.

Колонка стеклянная 30 х 0,8 см.

Испаритель ротационный ИР-1М ТУ 25-11-917-74.

Колбы мерные, цилиндры, мензурки,ГОСТ 1770-74.

Колбы грушевидные для отгонки растворителя вместимостью 100 мл, ГОСТ 25336-82

Пипетки различной вместимости, ГОСТ 20292-74.

Воронки конусообразные, ГОСТ 25336-82.

Мельница лабораторная (кофемолка).

Микрошприц МШ-10М,ТУ 2-833-106.

2.4.Подготовка к определению

2.4.1. Приготовление стандартных растворов

Стандартный раствор №1 трефлана концентрации 1000 мкг/мл готовят в мерной колбе на 100 мл растворением навески 0,1 г в гексане

Стандартные растворы №2-7 трефлана концентрации 0,05;0,10; 0,25;0,50;1,00 и 2,50 мкг\мл готовят в мерных колбах на 100 мл разбавлением0,005; 0,010;0,025; 0,050 ; 0,100 и 0,250 мл стандартного раствора №1 гексаном.

Срок хранения растворов один месяц в холодильнике.

2.4.2. Построение калибровочного графика

Для построения калибровочного графика трижды хроматографируют по 2 мкл стандартных растворов №№ 2-7 при условиях ,описанных в разделе 2.6. Измеряют высоты пиков трефлана и по средним значениям трех измерений строят график зависимости высоты в мм от количества трефлана в аликвоте в нг.

2.4.3 Подготовка колонки для очистки экстракта

Стеклянную колонку 30х0,8 см заполняют при легком постукивании щелочным оксидом алюминия на высоту 10 см.

2.5. Отбор пробы

Отбор пробы проводится 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 за № 2051-79 от 21 августа 1979 года.

2.6.Проведение определения

Навеску зеленой массы и зерна (20 г) измельчают на кофемолке.

Муку помещают в коническую колбу с притертой пробкой, заливают 20мл ацетонитрила, встряхивают в течение 0,5 ч и отфильтровывают под

вакуумом. Экстракцию повторяют свежей порцией ацетонитрила (20 мл). Экстракты после фильтрации последовательно пропускают через бумажный фильтр и концентрируют до 0,5-1 мл на ротационном испарителе при температуре бани не выше 50 °С, затем до отсутствия ацетонитрила - в токе воздуха. Маслянистый остаток очищают колоночной хроматографией. До внесения экстракта колонку с оксидом алюминия промывают гексаном (10мл). Остаток экстракта растворяют в 1 мл гексана и переносят в колонку. Колбу обмывают 3 раза 1 мл гексана и смывы также переносят в колонку. Растворитель отсасывают под вакуумом трефлан элюируют в отгонную колбу со скоростью 60-80 капель в мин 40 мл гексана. Элюат концентрируют до 0,5-10 мл и 2 мкл раствора хроматографируют на приборе с электронзахватным детектором при следующих условиях:

рабочая шкала электрометра 9×10^{-11} а;

скорость протяжки картограммы 200 мм/час ;

колонка стеклянная длиной 200 см, диаметром 3 мм, заполненная хроматоном N-AW -DMCS (фр.0,20-0,25 мм) с 5% ДС-550;

температура в °С : термостата колонок 180; испарителя 250;

детектора 230;

расход газа-носителя в мл/мин: через колонку 40, через продувочную камеру детектора 60;

объем раствора пробы, вводимый в испаритель, 2 мкл;

линейность детектирования 0,1-5 нг;

абсолютное время удерживания 2,11 мин.

Хроматографирование каждого экстракта проводят трижды, измеряют высоты пиков, вычисляют среднее значение высоты. По градуировочному графику и высоте пика находят количество трефлана в анализируемом объеме экстракта.

2.7.Обработка результатов анализа

Содержание трефлана в пробе (X) в мг/кг вычисляют по формуле:

$$X = \frac{A \times V_2 \times 100}{V_1 \times P \times R}$$

где A – количество трефлана в хроматографируемом объеме раствора пробы, найденное по градуировочному графику, нг;

V_1 – объем аликвоты раствора пробы, вводимой в прибор, мкл;

V_2 – общий объем раствора пробы , мл;

P – навеска пробы, г;

R – среднее значение определения стандартных количеств трефлана, найденное предварительно, %.

3. Требования безопасности

Соблюдать все необходимые требования безопасности при работе в химических лабораториях, а также правила, устройства техники безопасности, производственной санитарии, противоэпидемического режима и личной гигиены при работе в лабораториях (отделениях, отделах) санитарно-эпидемиологических учреждений системы Минздрава СССР № 2455-81 от 20.10.81 г.

ПРОИЗВОДНЫЕ МОЧЕВИНЫ И КАРБАМИНОВОЙ КИСЛОТЫ

gost.e-ecolog.ru