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.....

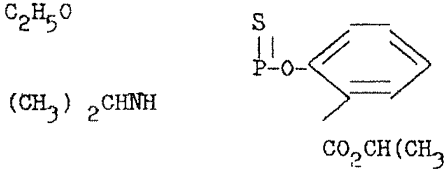
ХЛОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

Утверждено
Министерством
Здравоохранения СССР
" 29 " июля 1991г.

№ 6105-91

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ОФТАНОЛА-Т (ПО ИЗОФЕНФОСУ) В ВОДЕ, ПОЧВЕ, ЗЕРНЕ И СЕМЕНАХ САХАРНОЙ СВЕКЛЫ

Офтанол-Т – смесевой препарат: изофенфос с добавкой 10% ТМТД.



М.м. 345,2

$C_{15}H_{24}NO_4SP$

Изофенфос (амаз,офтанол)- бесцветное масло, не перегоняющееся в вакууме без разложения. Растворимость в воде 23,8 г/л, в циклогексане, метиленхлориде 60%. В щелочной среде гидролизуется.

$ЛД_{50}$ для крыс 28-38,7 мг/кг, МДУ в зерне в настоящее время еще не установлены.

2. Методика определения офтанола-Т в зерне и семенах сахарной свеклы

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Методика определения офтанола-Т основана на определении изофенфоса, являющегося основным и более токсичным компонентом препарата. Определение ТМТД проводится в соответствии с методическими указаниями, утвержденными за № 4334-87.

Разработчики: М.В.Письменная, Р.Д.Васягина, ВНИИГИНТОКС , г.Киев

Определение изофенфоса основано на извлечении его из зерна ацетоном и последующем определении методом газожидкостной (ГЖХ) хроматографии с термоионным детектором (ТИД).

2.1.2. Метрологическая характеристика метода приведена в таблице 1.

Исследуемый объект	Предел обнаруж.мг/кг,мг/л	Среднее значение определения %	Стандартное отклонение, ± %	Доверительный интервал ± %
Вода	0,0004	83	9,3	11,7
Почва	0,002	77	11,5	14,3
Зерно, семена сах.свеклы	0,004	79	12,7	15,6

2.1.3. Избирательность метода

Определению не мешают ТМТД и фосфорорганические пестициды, применяемые на зерновых (хлорофос, ДДВФ, релдан, метилнитрофос и др.). Относительное время удерживания по метафосу 2,5.

2. Реактивы, растворы и материалы

Изофенфос, хч.

Ацетон, х.ч.,ГОСТ 2603-79

Хлороформ, чда, ГОСТ 20015-74

Натрия хлорид,чда, ГОСТ 4233-77

Натрия сульфат безводный, чда,ГОСТ 4166-76

Стандартная фаза 5% SE-30 на хроматоне N-AW-DMCS

Азот в баллоне, ГОСТ 9293-74

Водород в баллоне

Воздух из баллона или нагнетаемый компрессором

Фильтры беззольные "красная лента"

Основной стандартный раствор изофенфоса (N1),содержащий 100 мкг/мл.

Готовят растворением 10 мг изофенфоса в ацетоне в мерной колбе емкостью 100 мл.

Рабочие стандартные растворы изофенфоса (N2,3,4), содержащие соответственно 10;1; 0,5 мкг/мл изофенфоса готовят разведением ацетоном раствора N1.

3. Приборы и посуда

Газовый хроматограф с термоионным детектором

Хроматографическая колонка стеклянная, длина 1м, внутренний диаметр 3 мм

Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М, ТУ 25-11-917-76 с набором колб для оттонки емкостью 50, 100 мл

Баня водяная, ТУ 64-1-2850-76

Водоструйный вакуумный насос или установка компрессорная, ТУ 64-1-2985-78

Весы аналитические ВЛА-200 1М, 2 кл, ГОСТ 19491 -74

Аппарат для встряхивания АВУ-60, ТУ-64-1-2451-78

Мерные колбы емкостью 100, 50 мл, ГОСТ 1770-74

Пробирки мерные емкостью 10 мл, ГОСТ 1770-74

Пипетки на 0,1-5 мл, ГОСТ 20292-74

Колбы конические емкостью 250 мл, ГОСТ 25336-82

Микрошприц емкостью 10 мкл, МШ-10, ТУ 2-833-106

Секундомер

2.4. Отбор проб

2.4.1. Отбор, хранение и доставка проб производится 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 N2051-79 от 21.08.79.

2.5. Основные определения

2.5.1. Экстракция

Зерно, почва. К 25 мл зерна, семян сахарной свеклы (50 г. почвы) прибавить 40 (80 мл.) ацетона и экстрагировать в течение 30 минут на аппарате для встряхивания. Экстракт слить, фильтруя через фильтр (красная лента) с насыпанным на фильтр безводным сульфатом натрия (7-10г.). Повторить экстракцию. Экстракты обьединить и сконцентрировать до ~ 1 мл. под вакуумом на ротационном испарителе при температуре бани не более 45°С.Перенести остаток пробы в мерную пробирку, довести ацетоном точно до 1-2 мл и анализировать ГЖХ.

Вода. 200 мл. анализируемой пробы поместить в делительную воронку подкислить 0,1 н раствором HCl до pH 5, хорошо перемешать, добавить 10 мл. 10%-ного раствора хлористого натрия и экстрагировать из водной фазы хлороформ 3*50 мл. Хлороформные экстракты обьединить, просушить безводным сульфатом натрия и отогнать растворитель до ~1 мл. под вакуумом досуха при комнатной температуре. Сухой остаток растворить в 2 мл. ацетона и анализировать ГЖХ.

Анализ методом ГЖХ

Детектор термоионный

Длина колонки 1 м, внутренний диаметр 3 мм

Неподвижная фаза 5% SE-30 на хроматоне N-A W-ДМС S

Температура колонки 190°С

Температура испарителя 260°

Газ-носитель азот

Скорость газа-носителя 22 мл/мин

Скорость потока водорода 14-17 мл/мин

Скорость потока воздуха 400 мл/мин

Рабочая шкала электрометра 2.10^{-10} а

Скорость диаграммной ленты 240 мм/час

Объем вводимой пробы 3-5 мкл

Время удерживания изофенфоса 4,8 мин

Линейный диапазон определения 0,2-2,5 нг

Количественное определение проводят методом соотношения со стандартом по высоте хроматографического пика. Содержание пестицида в пробе (по изофенфосу) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{C_{ст} \cdot V_{ст} H_{пр} \cdot V_{пр}}{H_{ст} V_{а} \cdot P}$$ мг/кг, где

$C_{ст}$ - концентрация пестицида в стандартном растворе, вводимом в хроматограф, мкг/мл;

$V_{ст}$ - об"ем стандартного раствора, введенного в хроматограф, мкл;

$H_{ст}$ - высота пика стандартного раствора, введенного в хроматограф мм;

$H_{пр}$ - высота пика исследуемого раствора, мм;

$V_{а}$ - объем экстракта введенного в хроматограф, мкл;

$V_{пр}$ - конечный объем анализируемого экстракта, мл;

P - масса образца, взятого для анализа, г, мл.

3. Требования безопасности

Соблюдать все необходимые требования для работы в химических лабораториях с органическими растворителями и токсическими веществами.

gost.e-ecolog.ru